



Tesis - TL142501

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TERMOSET EPOKSI  
TERMODIFIKASI RTV (*ROOM TEMPERATURE  
VULCANIZATION*) SILICONE RUBBER DAN  
*PHTHALIC ANHYDRIDE***

FAHRIADI PAKAYA  
2714201013

DOSEN PEMBIMBING:

Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc  
Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si, Ph.D

**PROGRAM STUDI MAGISTER  
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL INOVATIF  
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**



Thesis - TL142501

# **SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF THERMOSET EPOXY MODIFIED RTV (ROOM TEMPERATURE VULCANIZATION) SILICONE RUBBER DAN PHTHALIC ANHYDRIDE**

**FAHRIADI PAKAYA**

Student ID No.2714201013

**ADVISOR:**

Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc

Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si, Ph.D

**MASTER PROGRAM**

**MATERIALS INOVATION**

**DEPARTMENT OF MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING**

**FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY**

**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**

**SURABAYA**

**2016**

# LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Teknik (M.T.)  
Di  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:  
Fahriadi Pakaya  
NRP. 2714201013

Tanggal Ujian: Rabu, 20 Juli 2016  
Periode Wisuda: Semester Genap 2015/2016

Disetujui Oleh

1. Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc  
NIP: 198012072005011004



(Pembimbing I)

2. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D  
NIP: 197801132002121003



(Pembimbing II)

3. Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si  
NIP: 197906202006042001



(Penguji)

4. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D  
NIP: 197701062003122001



(Penguji)



Direktur Program Pascasarjana

Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc, Ph.D

NIP. 196012021987011001

## **Sintesis dan Karakterisasi Termoset Epoksi Termodifikasi RTV (*Room Temperature Vulcanization*) *silicone rubber* dan *Phthalic Anhydride***

Nama mahasiswa : Fahriadi Pakaya  
NRP : 2714201013  
Pembimbing : Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc  
Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D

### **ABSTRAK**

Rekayasa terhadap epoksi terus dilakukan sebagai upaya untuk meningkatkan sifat mekanik, ketahanan termal, fisika dan kimia. Rekayasa yang dilakukan berupa penambahan material lain sebagai *curing agent* maupun material kedua untuk meningkatkan sifat dari termoset epoksi. Penggunaan senyawa lain sebagai *curing agent* telah lama dikomersialkan, namun kendala yang ditimbulkan adalah pengaplikasian termoset epoksi pada bidang tertentu terutama pada bidang yang membutuhkan kekuatan impak dan stabilitas termal masih rendah. Oleh sebab itu, dibuat senyawa *curing agent* yang mampu meningkatkan sifat mekanik atau stabilitas termal. Preparasi bahan penelitian diperoleh melalui sintesis *curing agent* menggunakan *phthalic anhydride-containing polyaminoamide* dan penyediaan material kedua berupa RTV *silicone rubber* secara komersial. Tujuan penelitian untuk menganalisis pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* dan *phthalic anhydride* dengan komposisi (0, 5, 10, 15, 20) wt% terhadap sifat mekanik, stabilitas termal, sifat fisika dan kimia termoset epoksi. Pengujian dan karakterisasi dilakukan terhadap termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* maupun terhadap termoset epoksi/PAA/*phthalic anhydride*. Untuk penambahan RTV *silicone rubber*: kekuatan tarik, *elongation at break* dan kekerasan mengalami penurunan, kekuatan impak mengalami peningkatan maksimum pada penambahan 15% RTV *silicone rubber* sebesar 6175 J/m<sup>2</sup>. Temperatur degradasi mengalami peningkatan maksimum pada penambahan 15% RTV *silicone rubber* yaitu 328 dan 349°C masing-masing pada 5 dan 10% degradasi. *Swell ratio* mengalami peningkatan, *chemical resistance* dan penyerapan air mengalami penurunan. Pada penambahan *Phthalic anhydride*: kekuatan tarik dan kekerasan mengalami penurunan. *Elongation at break* meningkat pada 15% PA sebesar 21,55%. Kekuatan impak meningkat pada 20% PA sebesar 5451 J/m<sup>2</sup>. Temperatur degradasi mengalami penurunan. *Swell ratio* mengalami peningkatan, *chemical resistance* dan penyerapan air mengalami penurunan.

**Kata kunci:** Epoksi, *curing agent*, RTV *silicone rubber*, dan *phthalic anhydride*

~ Halaman ini sengaja dikosongkan~

**Synthesis and Characterization of Thermoset Epoxy Modified RTV  
(Room Temperature Vulcanization) silicone rubber and Phthalic  
Anhydride**

Student name : Fahriadi Pakaya  
NRP : 2714201013  
Preceptor : Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc  
Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D

**ABSTRACT**

Since the pristine epoxy has several weaknesses, it usually modified by adding the other materials either as a curing agent as well as a second material that is able to improve the properties of thermoset epoxy ie, mechanical properties, thermal stability, physical and chemical properties. Using of other compounds as curing agents has long been commercialized, but the constraints posed is application of an epoxy thermoset in specific fields, especially in fields that require impact strength and thermal stability are still low. Therefore, compound curing agent which can improve mechanical properties or thermal stability are made. Preparation of research material obtained by the synthesis of curing agent using phthalic anhydride-containing polyaminoamide and provide a second material commercial as RTV silicone rubber. The purpose of this study was to analyze effect addition of RTV silicone rubber and phthalic anhydride with composition (0, 5, 10, 15, 20) wt% on the mechanical properties, thermal stability, chemical and physical properties of thermoset epoxy. Testing and characterization are applied to both thermoset epoxy/PAA/RTV silicone rubber and thermoset epoxy/PAA/phthalic anhydride. In addition RTV silicone rubber: tensile strength, elongation at break and hardness decreased, impact strength increase at maximum 15% on addition of RTV silicone rubber is 6175 J / m<sup>2</sup>. The maximum degradation temperature increase in addition of 15% RTV silicone rubber. It are 328 and 349°C respectively at 5 and 10% degradation. Swell ratio increase while chemical resistance and water absorption decrease. In addition phthalic anhydride: tensile strength and hardness is decrease. Elongation at break increase at 15% PA amounted to 21.55%. Impact strength increase at 20% PA amounting 5451 J/m<sup>2</sup>. Degradation temperature has decrease after addition of phthalic anhydride. Swell ratio is increase, chemical resistance and water absorption decrease.

**Keywords:** Epoxy, curing agent, RTV silicone rubber, phthalic anhydride

~ Halaman ini sengaja dikosongkan~

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT, atas segala rahmat dan petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini dengan judul:

**Sintesis dan Karakterisasi Termoset Epoksi Termodifikasi RTV (*Room Temperature Vulcanization*) *silicone rubber* dan *Phthalic Anhydride***

Tesis ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memenuhi persyaratan dalam memperoleh gelar Magister Teknik (M.T.) di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi (Program Studi Magister), Fakultas Teknik Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya Tahun 2016.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah berperan serta dalam tersusunnya tesis ini diantaranya kepada :

1. Allah Azza Wa Jalla yang telah memberikan rahmat dan karunianya secara utuh demi lancarnya jalan penelitian ini ke depannya.
2. Salam sholawat tidak pernah henti kepada junjungan besar kita Rasulullah Muhammad Salallahu alaihi wa sallam yang telah membawa dan mengajarkan cahaya yang paling benar yaitu Islam.
3. Kedua orang tua penulis, Ayahanda **Haris Pakaja** dan Ibunda **Amelia Pakaya** yang telah memberikan curahan kasih sayang, dukungan, semangat, dan motivasi kepada penulis.
4. Saudara-saudara di rumah, **Ka Acit**, **Ka Oskar** dan **Ka Ani**, serta adik tersayang **Nunung**, keponakan **Rifky**, **Rafie**, **Aini**, **Usman**, **Hikmah** yang telah memberikan semangat bagi peneliti untuk menyelesaikan tugas akhir sebagai salah satu persyaratan kelulusan.
5. Pihak **Pascasarjana Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya** yang telah memberikan kesempatan penulis dalam mengenyam pendidikan Magister di Teknik Material dan Metalurgi lewat pemberian program beasiswa *Pra S2-S2 Saintek 3T* di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada tahun 2013.
6. Dosen pembimbing I yang sekaligus juga sebagai dosen wali yang penulis hormati **Dr. Eng. Hosta Ardhyananta, S.T., M.Sc** yang



senantiasa memberikan bantuan baik moril maupun materiil dan senantiasa memberikan bimbingan dan motivasi kepada penulis.

7. Dosen pembimbing II yang penulis hormati **Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D** yang senantiasa membimbing dan memberikan motivasi.
8. Para Dosen Penguji yang penulis hormati **Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si** dan **Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D** yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam menyelesaikan tesis ini.
9. Ketua Prodi Magister Teknik Material dan Metalurgi **Lukman Noerochim, S.T., M.Sc., Ph.D** yang telah banyak membantu dalam 2 tahun menjadi mahasiswa Magister Teknik Material dan Metalurgi.
10. Bapak Atmoko yang telah bersedia membantu meminjamkan alat lab untuk kelancaran penelitian.
11. Teman-teman Laboratorium Inovasi Material, **Fabian, Dayu, Raka, Ocir, Novi, Agus, Soni, Shena, Paul**, dan lain-lain yang telah membantu dan memotivasi penulis.
12. Teman – teman seperjuangan dan Se-KOS, **Saddam Husin, Bang Sufi, Bang Balkhaya, Bang Zaki, Ali, Bang Romi, Bang Ari, Bang Nia, Arifin, Lutfi, Mustofa, Bang Alfi, Ayong, Bang Firman, Bang Tenny, Bang Benny (Ayah), Bang Anhar, Anti, Yuli, Nia, Bang Endarto, Masrur** yang juga merupakan teman-teman Pra S2-S2 Teknik Mesin-Teknik Material dan Metalurgi yang telah menjadi keluarga besar dan kebersamaan yang tidak tergantikan.
13. Teman–teman seperjuangan FKMM 2014-2015, **Diki, Dwista, Hengki, Fikri, Della, Bella, Anas, Ucup, Viktor, Rezza** yang selalu memberikan semangat dan dukungan.
14. Sahabat-sahabatku, **Ahmad, Asri, Gunawan, Andika, Jufri, Umar, Irwan, Fandi** yang memberikan semangat dan dorongan untuk menyelesaikan studi.
15. Administrator Sekretariat Pascasarjana Teknik Material dan Metalurgi , **Bapak Anto** dan **Bu Rina** yang banyak membantu penulis dalam masa perkuliahan selama kurun waktu 2014 – 2016.

16. Seluruh karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi yang banyak membantu dalam penyelesaian pengerjaan tesis ini.
17. **Semua pihak** yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu yang telah banyak memberi dorongan dan bantuan dalam menyelesaikan tesis ini baik secara langsung maupun tidak langsung. Menyadari atas keterbatasan pengetahuan dan penelitian sehingga dimungkinkan ada kekeliruan dan kesalahan yang tidak sengaja. Oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat dibutuhkan guna perbaikan dan pengembangan lebih lanjut. Semoga tesis dapat bermanfaat dan memenuhi apa yang diharapkan.

Surabaya, 25 Juli 2016

Penulis

Halaman ini sengaja dikosongkan

## DAFTAR ISI

	Hal
ABSTRAK .....	v
ABSTRACT .....	vii
KATA PENGANTAR.....	ix
DAFTAR ISI .....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL .....	xxv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang Masalah .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
BAB II KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	
2.1 Polimer .....	5
2.1.1 Definisi Polimer .....	5
2.1.2 Jenis-jenis Polimer .....	6
2.2 Epoksi .....	11
2.2.1 Definisi Epoksi .....	11
2.2.2 Sifat dan Karakteristik Epoksi .....	11
2.2.3 Sintesis Epoksi .....	15
2.2.4 Resin Epoksi Lainnya.....	16
2.2.5 Pembuatan Monomer Epoksi (DGEBA) .....	22
2.2.6 Jenis Bisphenol lainnya .....	26
2.2.7 Diagram <i>Curing</i> TTT pada Polimer Termoset .....	38
2.3 <i>Curing Agent</i> .....	42
2.3.1 Mekanisme <i>Curing</i> .....	43

2.3.2	Reaksi Poliadisi.....	44
2.3.3	Reaksi Homopolimerisasi .....	46
2.4	Golongan Amina Sebagai <i>Curing Agent</i> Pembentukan <i>Cross-linked</i> Epoksi .....	47
2.5	Oligomer RTV <i>silicone rubber</i> Sebagai Material Kedua.....	61
2.6	<i>Curing Agents</i> dari Sumber Daya yang Terbarukan.....	65
2.7	Aplikasi Termoset Epoksi .....	66
BAB III METODE PENELITIAN		
3.1.	Bahan dan Alat .....	67
3.1.1	Bahan .....	67
3.1.2	Alat .....	72
3.2	Diagram Alir Penelitian.....	75
3.2.1	<i>Roadmap</i> Penelitian .....	75
3.2.2	Sintesis Epoksi/RTV <i>silicone rubber</i> menggunakan Hardener Poliaminoamida dan Katalis Sn-Kompleks .....	76
3.2.3	Sintesis Crosslink Epoksi/PAA/PA .....	77
3.3	Prosedur Penelitian .....	78
3.3.1	Sintesis Crosslink <i>Epoksi Containing</i> RTV <i>silicone rubber</i> menggunakan Hardener Poliaminoamida .....	78
3.3.2	Sintesis Croslink Epoksi/PAA/PA.....	78
3.4	Pengujian .....	84
3.4.1	Pengujian Mekanik .....	84
3.4.1.1	Uji Tarik.....	84
3.4.1.2	Uji Kekerasan .....	85
3.4.1.3	Uji Impak .....	86
3.4.2	Pengujian Termal (TGA) .....	87
3.4.3	Pengujian Mikro, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia ..	88
3.4.3.1	<i>Scanning Electron Microscopy</i> .....	88
3.4.3.2	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FT-IR).....	89

3.4.3.3	Spektroskopi NMR.....	90
3.4.4	Pengujian Sifat Fisika dan Kimia .....	91
3.4.4.1	Pengukuran Resin <i>Epoxy Equivalent Weight</i> dan <i>Equivalent Weight</i> dari Amina .....	91
3.4.4.2	Pengukuran <i>Swell Ratio</i> .....	91
3.4.4.3	Pengukuran <i>Chemical Resistance</i> .....	92
3.4.4.4	Pengukuran Penyerapan Air .....	92
3.5	Uji Statistik: <i>Variance</i> dan <i>Standard Error</i> .....	92
<b>BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Proses Sintesis .....	93
4.1.1	Sintesis Termoset Epoksi/Poli aminoamida/RTV <i>silicone rubber</i> ..	93
4.1.2	Sintesis Termoset Epoksi/Poli aminoamida/ <i>Phthalic Anhydride</i> ....	96
4.2	Hasil Pengujian Morfologi, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia .....	98
4.2.1	Hasil Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Material Dasar .....	98
4.2.2	Hasil Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida.....	109
4.2.3	Hasil Pengujian Mikro, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida/RTV <i>silicone rubber</i> ....	111
4.2.3.1	Hasil Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> .....	111
4.2.3.2	Hasil Analisis FTIR .....	113
4.2.4	Hasil Pengujian Mikro, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida/ <i>Phthalic Anhydride</i> .....	114
4.2.4.1	Hasil Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> .....	114
4.2.4.2	Hasil Analisis FTIR .....	115
4.3	Hasil Pengujian Mekanik Termoset Epoksi.....	116
4.3.1	Hasil Pengujian Mekanik Epoksi/Poli aminoamida/RTV <i>silicone rubber</i> .....	117

4.3.1.1	Hasil Uji Tarik .....	117
4.3.1.2	Hasil Uji Kekerasan.....	121
4.3.1.3	Hasil Uji Impak .....	122
4.3.2	Hasil Pengujian Mekanik Epoksi/Poli aminoamida/ <i>Phthalic Anhydride</i> .....	124
4.3.2.1	Hasil Uji Tarik.....	124
4.3.2.2	Hasil Uji Kekerasan.....	127
4.3.2.3	Hasil Uji Impak .....	128
4.4	Hasil Pengujian Termal Termoset Epoksi.....	129
4.4.1	Hasil Pengujian Termal Epoksi/Poli aminoamida/RTV <i>silicone rubber</i> .....	130
4.4.2	Hasil Pengujian Termal Epoksi/Poli aminoamida/ <i>Phthalic Anhydride</i> .....	131
4.5	Hasil Pengujian Fisik dan Kimia Termoset Epoksi.....	133
4.5.1	Hasil Pengukuran <i>Epoxy Equivalent Weight</i> dan <i>Equivalent of Amine</i> .....	134
4.5.2	Hasil Pengujian Fisik dan Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida/RTV <i>silicone rubber</i> .....	134
4.5.2.1	Hasil Pengukuran <i>Swell Ratio</i> .....	134
4.5.2.2	Hasil Pengujian <i>Chemical Resistance</i> .....	135
4.5.2.3	Hasil Pengujian Penyerapan Air.....	138
4.5.3	Hasil Pengujian Fisik dan Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida/ <i>Phthalic Anhydride</i> .....	140
4.5.3.1	Hasil Pengukuran <i>Swell Ratio</i> .....	140
4.5.3.2	Hasil Pengujian <i>Chemical Resistance</i> .....	141
4.5.3.3	Hasil Pengujian Penyerapan Air.....	143
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....		145
DAFTAR PUSTAKA .....		147
LAMPIRAN-LAMPIRAN .....		151

## DAFTAR GAMBAR

	Hal
Gambar 2.1 Perspektif dari struktur senyawa menunjukkan koordinasi polimer 3D .....	5
Gambar 2.2 Tampilan polihedron dari jaringan tiga dimensi dibangun dari gugus ligan pyridinium yang dirakit menjadi rantai berhingga .....	6
Gambar 2.3 Polimer berdasarkan bentuk susunan rantai: (a) polimer linier, (b) polimer bercabang, (c) polimer berikatan silang, (d) polimer jaringan .....	7
Gambar 2.4 Reaksi pembentukan polietilena .....	8
Gambar 2.5 Reaksi polikondensasi pembentukan poliamida 66 .....	9
Gambar 2.6 Gambaran skematik dari (a) <i>random</i> , (b) <i>alternating</i> , (c) <i>block</i> , (d) <i>graft copolymers</i> . Dua tipe unit berulang yang berbeda ditandai dengan lingkaran biru dan merah .....	10
Gambar 2.7 Struktur Molekul Resin epoksi (DGEBA) .....	11
Gambar 2.8 Struktur cincin epoksida atau <i>oxirane</i> .....	12
Gambar 2.9 Struktur dan sifat dari resin epoksi .....	12
Gambar 2.10 Hubungan antara kekuatan adesif dari resin epoksi dan kandungan hidroksil .....	13
Gambar 2.11 Skematik mekanisme reaksi polikondensasi pembentukan resin epoksi .....	17
Gambar 2.12 Struktur kimia resin epoksi novolak .....	17
Gambar 2.13 Struktur kimia dari resin epoksi <i>glycidyl ether of Tetraphenolethane</i> .....	18
Gambar 2.14 Struktur kimia dari resin bisphenol F (4,4 isomer) .....	19
Gambar 2.15 Beberapa struktur umum resin epoksi sikloalifatik .....	20



Gambar 2.16	Struktur kimia resin epoksi didasarkan pada tetrabromo diphenylolpropane .....	21
Gambar 2.17	Struktur molekul resin epoksi N,N,N',N'-tetraglycidyl- 2,2-bis-[4-( <i>p</i> -aminophenoxy)-phenyl]propane .....	22
Gambar 2.18	Resin epoksi jenis N,N,N',N'-tetraglycidyl-1,1-bis [(4-amino-3-methyl)-phenyl]-cyclohexane.....	22
Gambar 2.19	Skema rute komersial yang dominan untuk epiklorohidrin melalui proses tahapan yang terdiri dari klorinasi <i>allylic</i> awal propilena ke alil klorida .....	23
Gambar 2.20	Skematik Rute pembentukan epiklorohidrin yang menggunakan gliserin terbaru sebagai bahan baku dalam proses dua langkah yang terdiri dari hidroklorinasi awal gliserin dengan hydrogen klorida yang menghasilkan 30 – 50: 1 campuran 1,3-dikloropropan-2-ol dan 2,3-dikloropropan-1-ol, diikuti oleh reaksi dengan basa. Proses ini hanya menghasilkan setara dengan satu limbah klorida .....	24
Gambar 2.21	Reaksi pembentukan epiklorohidrin .....	25
Gambar 2.22	Reaksi pembentukan bisphenol A.....	25
Gambar 2.23	Struktur molekul Bisphenol B.....	26
Gambar 2.24	Reaksi pembentukan bisphenol B .....	27
Gambar 2.25	Struktur molekul Bisphenol C.....	28
Gambar 2.26	Skematik reaksi pembentukan senyawa antara triklorida .....	29
Gambar 2.27	Impuritis yang diidentifikasi dari dehidrohalogenasi dari triklorida dengan menggunakan natrium hidroksida golongan alkohol .....	29
Gambar 2.28	Reaksi pembentukan bisphenol C .....	30
Gambar 2.29	Sktruktur molekul Bisphenol E.....	30
Gambar 2.30	Persamaan reaksi pembentukan bisphenol E .....	31
Gambar 2.31	Struktur molekul Bisphenol F .....	32
Gambar 2.32	Reaksi pembentukan bisphenol F .....	33

Gambar 2.33	Struktur molekul Bisphenol G .....	33
Gambar 2.34	Persamaan reaksi pembentukan bisphenol G .....	34
Gambar 2.35	Struktur molekul Bisphenol M .....	35
Gambar 2.36	Struktur molekul Bisphenol P.....	36
Gambar 2.37	Struktur molekul Bisphenol S.....	37
Gambar 2.38	Diagram TTT untuk tipe epoksi .....	39
Gambar 2.39	TTT <i>cure diagram</i> : temperatur <i>curing</i> vs. waktu fase pemisahan, <i>gelation</i> dan <i>vitrification</i> untuk sistem murni epoksi dan dua <i>rubber-modified</i> . ○, <i>gelation</i> ; □, <i>vitrification</i> ; dimodifikasi 15wt% <i>rubber</i> terhadap epoksi .....	40
Gambar 2.40	Diagram TTT pada resin epoksi .....	41
Gambar 2.41	Skematik TTT- <i>cure diagram</i> dari <i>anhydride-cured epoxy system</i>	41
Gambar 2.42	Reaksi anion .....	43
Gambar 2.43	Skematik Reaksi poliadisi dari resin epoksi dengan senyawa hydrogen aktif.....	46
Gambar 2.44	Reaksi Homopolimerisasi resin epoksi.....	47
Gambar 2.45	Skematik reaksi <i>butyl glycidylether</i> dengan <i>poly(propyleneimine) dendrimer</i> (PPI) .....	48
Gambar 2.46	Skematik mekanisme <i>cross-linking</i> dari MCSR dengan PAMAM dendrimer sebagai <i>cross-linker</i> .....	49
Gambar 2.47	Salah satu struktur dari resin poliaminoamida yang mungkin dan turunannya .....	49
Gambar 2.48	Spektrum IR dari Poliaminoamida .....	51
Gambar 2.49	Hipotesis Struktur poliaminoamida berdasarkan pengujian FT-IR .....	52
Gambar 2.50	Struktur kimia <i>phthalic anhydride</i> .....	52
Gambar 2.51	Struktur kimia triethylamine.....	53
Gambar 2.52	Skematik reaksi <i>curing</i> resin epoksi menggunakan inisiator triethylamine dan <i>phthalic anhydride</i> .....	55

Gambar 2.53	Skematik reaksi pembuatan heksametilena diamina.....	55
Gambar 2.54	Reaksi poliadisi pembentukan <i>cross-linked</i> resin epoksi menggunakan <i>heksanediamide</i> sebagai <i>curing agent</i> .....	57
Gambar 2.55	Reaksi poliadisi pembentukan <i>cross-linked</i> resin epoksi menggunakan hexane-1,6-diamine sebagai <i>curing agent</i> .....	58
Gambar 2.56	Struktur molekul <i>Silicone-containing polyamine</i> (SFA) .....	59
Gambar 2.57	Struktur molekul PSPA.....	60
Gambar 2.58	Pemodelan reaksi polikondensasi pembentukan <i>silicone-containing hexamethylenediamine</i> (SCH).....	60
Gambar 2.59	<i>Network Epoxy/Silicone-containing hexamethylenediamine</i> .....	61
Gambar 2.60	Reaksi pembentukan <i>rubber</i> melalui proses <i>curing</i> peroksida .....	64
Gambar 2.61	Reaksi pembentukan <i>rubber</i> melalui proses <i>curing</i> adisi .....	64
Gambar 2.62	Reaksi pembentukan <i>rubber</i> melalui proses <i>curing</i> kondensasi ...	64
Gambar 2.63	Reaksi pembentukan <i>bis(furfurylamine)</i> A .....	65
Gambar 2.64	Reaksi pembentukan <i>vanillyamine</i> .....	66
Gambar 3.1	Resin epoksi komersial jenis DGEBA .....	67
Gambar 3.2	Resin poliaminoamida komersial.....	67
Gambar 3.3	Resin RTV <i>silicone rubber</i> .....	68
Gambar 3.4	Struktur Sn-kompleks (dibutilin dilaurat) .....	68
Gambar 3.5	Struktur kimia <i>crosslinker agent</i> berupa asam silikat.....	69
Gambar 3.6	Larutan aseton .....	69
Gambar 3.7	<i>Phthalic anhydride</i> .....	70
Gambar 3.8	Struktur kimia <i>pottasium hydrogen phthalate</i> .....	71
Gambar 3.9	Struktur indikator metil violet.....	71
Gambar 3.10	Struktur kimia <i>methyl ethyl ketone</i> .....	72
Gambar 3.11	Pemanas <i>Hot Plate</i> .....	72
Gambar 3.12	Pemanas <i>Oven</i> .....	73
Gambar 3.13	Timbangan analitik .....	73
Gambar 3.14	Piknometer .....	74

Gambar 3.15	<i>Roadmap</i> penelitian .....	75
Gambar 3.16	Skematik tahapan Sintesis Epoxy/RTV <i>silicone rubber blend</i> menggunakan hardener poliaminoamida.....	76
Gambar 3.17	Skematik tahapan Sintesis <i>crosslink Epoxy/polyaminoamide-phthalic anhydride</i> .....	77
Gambar 3.18	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap perubahan warna Epoksi/PAA; (a) 0wt% RTV <i>silicone rubber</i> , (b) 5wt% RTV <i>silicone rubber</i> , (c) 10wt% TV <i>silicone rubber</i> , (d) 15wt% RTV <i>silicone rubber</i> , dan (e) 20wt% RTV <i>silicone rubber</i> .....	79
Gambar 3.19	Termoset epoksi/PAA/xwt%RTV <i>silicone rubber</i> setelah dipanaskan pada temperatur 200°C, 1 jam; (a) 0wt% RTV <i>silicone rubber</i> , (b) 5wt% RTV <i>silicone rubber</i> , (c) 10wt% TV <i>silicone rubber</i> , (d) 15wt% RTV <i>silicone rubber</i> , dan (e) 20wt% RTV <i>silicone rubber</i> .....	80
Gambar 3.20	Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan warna Epoksi/PAA; (a) 0wt% PA, (b) 5wt% PA, (c) 10wt% PA, (d) 15wt% PA, dan (e) 20wt% PA .....	80
Gambar 3.21	Termoset epoksi/PAA/xwt%PA setelah dipanaskan pada temperatur bertahap 50°C 2 jam, 70, 100 dan 140°C masing-masing 1 jam serta <i>curing</i> 200°C tanpa penambahan PA; (a) 0wt% PA, (b) 5wt% PA, (c) 10wt% PA, (d) 15wt% PA, dan (e) 20wt% PA.....	81
Gambar 3.22	Alat uji Tarik .....	84
Gambar 3.23	Model spesimen tarik tipe 1.....	85
Gambar 3.24	Durometer Shore D Hardness Tester.....	85
Gambar 3.25	Alat uji impak .....	86
Gambar 3.26	Model spesimen impak tipe <i>charpy</i> .....	87
Gambar 3.27	Alat uji TGA.....	88
Gambar 3.28	Alat Uji <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) .....	89
Gambar 3.29	Alat uji FTIR <i>spectrometer</i> .....	89

Gambar 3.30	Spektrofotometer NMR.....	91
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi pembentukan termoset epoksi/PAA.....	94
Gambar 4.2	Mekanisme reaksi pembentukan elastomer RTV <i>silicone rubber</i> .....	95
Gambar 4.3	Mekanisme reaksi pembentukan termoset epoksi/PAA/PA .....	97
Gambar 4.4	Spektrum IR dari resin epoksi.....	99
Gambar 4.5	Struktur kimia epoksi jenis DGEBA.....	99
Gambar 4.6	Spektrum IR dari resin poliaminoamida .....	101
Gambar 4.7	Spektrum <sup>1</sup> H NMR dari resin poliaminoamida.....	102
Gambar 4.8	Struktur kimia dari resin poliaminoamida .....	103
Gambar 4.9	Struktur kimia poliaminoamida yang berulang.....	104
Gambar 4.10	Spektrum IR dari RTV <i>silicone rubber</i> .....	105
Gambar 4.11	Struktur kimia dari resin RTV <i>silicone rubber</i> .....	105
Gambar 4.12	Spektrum IR dari <i>Bluesil Catalyst</i> .....	106
Gambar 4.13	Struktur kimia ester asam silikat.....	107
Gambar 4.14	Spektrum IR dari <i>Phthalic anhydride</i> .....	107
Gambar 4.15	Struktur kimia dari senyawa <i>phthalic anhydride</i> .....	109
Gambar 4.16	Spektrum IR dari epoksi, PAA dan termoset Epoksi/PAA.....	109
Gambar 4.17	Spektrum IR dari epoksi, PAA dan termoset Epoksi/PAA dari bilangan gelombang 550 – 1700 cm <sup>-1</sup> .....	110
Gambar 4.18	Mikrograf SEM penampang melintang dari termoset epoksi/PAA murni (a dan b), termoset epoksi/PAA/10wt% RTV <i>silicone rubber</i> (c dan d) dan termoset epoksi/PAA/20wt% RTV <i>silicone rubber</i> (e dan f) .....	112
Gambar 4.19	Spektrum IR dari termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15 dan 20wt% RTV <i>silicone rubber</i> .....	114
Gambar 4.20	Mikrograf SEM penampang melintang dari termoset epoksi/PAA/15wt% PA (500x dan 2000x) .....	115
Gambar 4.21	Spektrum IR dari termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15 dan 20wt% PA .....	116

Gambar 4.22	Efek penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap kekuatan Tarik Epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> pada kondisi 200°C, 1 jam .....	118
Gambar 4.23	Efek penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap <i>elongation at break</i> Epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> , pada kondisi 200°C .....	119
Gambar 4.24	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap nilai kekerasan termoset Epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> .....	121
Gambar 4.25	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap kekuatan impak termoset Epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> .....	123
Gambar 4.26	Efek penambahan PA terhadap kekuatan tarik termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur <i>curing</i> 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA.....	125
Gambar 4.27	Efek penambahan PA terhadap <i>elongation at break</i> termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur <i>curing</i> 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA.....	126
Gambar 4.28	Pengaruh penambahan PA terhadap nilai kekerasan termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur <i>curing</i> 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA.....	127
Gambar 4.29	Pengaruh penambahan PA terhadap kekuatan impak termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur <i>curing</i> 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA.....	129
Gambar 4.30	Termografi TG dari termoset epoksi/PAA/wt%RTV <i>silicone rubber</i> dengan laju pemanasan 10°C/min.....	131
Gambar 4.31	Termografi TG dari termoset epoksi/PAA/wt%PA dengan laju pemanasan 10°C/min .....	133
Gambar 4.32	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap <i>swell ratio</i> dari termoset epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> .....	132
Gambar 4.33	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> saat direndam dalam HCl 10%, 72 jam .....	136

Gambar 4.34	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> saat direndam dalam NaOH 10%, 72 jam .....	137
Gambar 4.35	Pengaruh penambahan RTV <i>silicone rubber</i> terhadap perubahan penyerapan air dari termoset epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i> saat direndam dalam air selama 48 jam .....	139
Gambar 4.36	Pengaruh penambahan PA terhadap <i>swell ratio</i> dari termoset epoksi/PAA/PA .....	140
Gambar 4.37	Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/PA saat direndam dalam HCl 10%, 72 jam.....	141
Gambar 4.38	Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/PA saat direndam dalam NaOH 10%, 72 jam .....	142
Gambar 4.39	Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan penyerapan air dari termoset epoksi/PAA/PA saat direndam dalam air selama 48 jam	143

## DAFTAR TABEL

	Hal
Tabel 2.1 Sifat mekanik resin epoksi dengan <i>Methylene Dianiline</i> sebagai <i>curing agent</i> .....	14
Tabel 2.2 Sifat termal dari beberapa jenis formulasi epoksi.....	15
Tabel 2.3 Sifat fisika dan kimia bisphenol B .....	27
Tabel 2.4 Sifat fisika dan kimia bisphenol C .....	28
Tabel 2.5 Sifat Fisika dan kimia Bisphenol E .....	31
Tabel 2.6 Sifat fisika dan kimia Bisphenol F .....	32
Tabel 2.7 Sifat fisika dan kimia Bisphenol G.....	34
Tabel 2.8 Sifat fisika dan kimia bisphenol M.....	35
Tabel 2.9 Sifat fisika dan kimia bisphenol P .....	36
Tabel 2.10 Sifat fisika dan kimia bisphenol S .....	38
Tabel 2.11 Sifat fisika dan kimia triethylamine.....	54
Tabel 2.12 Sifat fisika dan kimia adipamida .....	56
Tabel 2.13 Sifat fisika dan kimia heksametilendiamina .....	58
Tabel 2.14 Sifat fisika dan kimia <i>polydimethylsiloxane</i> .....	62
Tabel 2.15 Sifat mekanik dan termal <i>polydimethylsiloxane</i> .....	62
Tabel 3.1 Ukuran dan toleransi spesimen tarik tipe 1 .....	85
Tabel 3.2 Ukuran dan toleransi uji impak tipe <i>charpy</i> .....	87
Tabel 4.1 Vibrasi Spektrum IR Resin Epoksi.....	100
Tabel 4.2 Vibrasi Spektrum IR Resin Poliaminoamida.....	102
Tabel 4.3 <i>Chemical Shift</i> dari berbagai atom hidrogen dari resin Poliaminoamida .....	103
Tabel 4.4 Vibrasi Spektrum IR dari Oligomer RTV <i>silicone rubber</i> .....	105
Tabel 4.5 Vibrasi Spektrum IR dari <i>Phthalic Anhydride</i> .....	108



Tabel 4.6	Temperatur untuk persentase perbedaan berat dan laju dekomposisi maksimum untuk perbandingan tertentu RTV <i>silicone rubber</i> dalam termoset epoksi dan jumlah kandungan arang pada 800°C .....	130
Tabel 4.7	Temperatur untuk <i>persentase</i> perbedaan berat dan laju dekomposisi maksimum untuk perbandingan tertentu PA dalam termoset epoksi dan jumlah kandungan arang pada 800°C .....	132

# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Pemenuhan kebutuhan manusia yang semakin kompleks dewasa ini menyebabkan peningkatan pola berfikir manusia untuk membuat sesuatu hal yang baru. Keingin-tahuan manusia akan hal-hal yang dianggap baru semakin bertambah seiring dengan penemuan alat-alat instrumentasi modern. Keinginan tersebut termasuk keinginan untuk membuat suatu produk industri yang densitasnya rendah, memiliki kekuatan mekanik yang tinggi, serta tahan terhadap sinar matahari. Produk yang dimaksud adalah produk-produk yang terbuat dari bahan polimer *engineering*. Untuk membuat produk yang berkualitas dan terjangkau secara ekonomis, dibutuhkan suatu jenis polimer yang memiliki sifat mekanik yang tinggi dan memiliki ketahanan terhadap termal serta yang terpenting adalah terjangkau secara ekonomis. Polimer yang saat ini telah dikembangkan dan menjadi perhatian yang besar dipasaran salah satunya adalah polimer jenis epoksi. Epoksi merupakan salah satu jenis termoset *engineering* yang memiliki ketahanan tinggi terhadap panas dan listrik, kekuatan dan ketangguhan mekanik yang baik, dan kelembaban serta ketahanan korosi yang baik (Duemichen dkk, 2015). Epoksi merupakan kandidat yang luar biasa untuk aplikasi seperti lapisan pelindung, perekat, material *filling*, material *structural*, komposit lanjutan, senyawa modeling untuk enkapsulasi elektronik, serta material isolasi listrik (Wan dkk, 2011). Penggunaan produk berbasis epoksi telah banyak diaplikasikan di lapangan seperti dalam bidang teknik otomotif, mekanik, listrik, dan kimia. Rekayasa terhadap epoksi terus dilakukan sebagai upaya untuk meningkatkan sifat mekanik, stabilitas termal, maupun untuk mengurangi biaya produksi.

Berbagai upaya telah dilakukan yaitu mulai dari pembuatan komposit, sintesis epoksi jenis DGEBA, DGEBF, DGEBC, penambahan *fiber glass*, sampai pada tingkatan rekayasa nano. Dalam aplikasinya, *crosslink* epoksi dapat disintesis menggunakan *curing agent*, *hardener* atau katalis untuk meningkatkan kekuatan mekanik. *Curing agent* yang sering digunakan misalnya fenol, asam

anhidrida, asam karboksilat, amina, dan imidazol. Telah banyak jenis *curing agent* yang dipasarkan secara komersial, terutama *curing agent* jenis amina. Golongan amina alifatik sering digunakan sebagai bahan *curing* resin epoksi untuk pelapisan dan perekat karena biayanya murah dan reaktivitasnya tinggi. Namun, poliamina alifatik tradisional memiliki beberapa kekurangan diantaranya memiliki titik didih yang rendah, sifat kehalusan permukaan yang buruk, mudah penyerapan kelembaban dan karbon dioksida (Cao, 2014). Poliamina alifatik juga sangat beracun dan laju penyerapan airnya tinggi (Li dkk, 2012).

Di sisi lain, telah banyak penelitian yang dilaporkan berkaitan dengan resin epoksi yang dimodifikasi RTV *silicone rubber* dengan tujuan untuk meningkatkan stabilitas termal, fleksibilitas, *water resistance*, *flame retardance*, dan untuk mencapai sifat-sifat lainnya yang penting. Cao, dkk (2014) telah melakukan penelitian tentang senyawa yang mengandung amina sebagai *curing agent* untuk resin epoksi yaitu *silicone-phenyl contained amine* (PSPA). Hasil yang diperoleh adalah bahwa penambahan *silicone-phenylamine* memberikan energi aktivasi yang efektif dan *crosslink* DGEBA/PSPA memiliki stabilitas termal sampai 380°C. Strachota dkk (2007) melakukan penelitian pada sistem polihedral oligomerik silsesquioxana POSS/Epoksi dan menemukan bahwa jaringan yang terbentuk antara epoksi dan POSS sangat kuat.

Penelitian serupa juga diungkapkan oleh Li, dkk (2012) yang menggunakan silikon alifatik amina sebagai *curing agent* pada resin epoksi. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa *1,3-bis(2-aminoethylaminomethyl) tetramethyldisiloxane* (SFA) efektif dapat digunakan sebagai *curing agent* terhadap resin epoksi dengan reaktivitas dan laju reaksi yang diterima. Reaksi yang berlangsung menunjukkan ciri khas reaksi autokatalik. Liu, dkk (2013) juga menggunakan senyawa yang mengandung gugus amina yaitu N-(3-phenoxy-2-hydroxypropyl)-1,3-benzenediamine (NPHB) sebagai *curing agent*. Hasil yang diperoleh yaitu penggunaan NPHB sebagai *curing agent* meningkatkan sifat *adhesif* serta memiliki temperatur transisi gelas yang tinggi. Gupta dan Bajpai (2011) dalam penelitiannya tentang *epoxy-modified silicone rubber resin* sebagai pelapisan antikorosi menyebutkan bahwa *epoxy-modified silicone rubber resin* menunjukkan sifat termal dan antikorosi yang baik.

Selain menggunakan *silicone*, peneliti terdahulu juga telah banyak menggunakan senyawa anhidrida sebagai *curing agent*. Trappe (1990) telah berhasil menggunakan *phthalic acid anhydride* dengan *1-methylimidazole* sebagai inisiator untuk mengeraskan resin epoksi membentuk ikatan *crosslink* termoset. Anhidrida tidak bereaksi dengan gugus epoksi secara langsung tetapi cincin anhidrida pertama kali dibuka oleh reaksi dengan gugus hidroksil (Fisch, 1961). Kolar dan Svitilova (2007) juga telah melakukan penelitian terkait penggunaan anhidrida sebagai *curing agent*. Kolar berhasil mengeraskan resin epoksi menggunakan maleat anhidrida dengan penambahan *N,N-dimethylaniline* (DMA). Matejka, dkk (1983) juga telah melakukan penelitian tentang *curing* resin epoksi dengan anhidrida. Matejka berhasil membuat resin epoksi *curing* dengan penambahan inisiator tert-amina dan anhidrida. Tert-amina yang digunakan adalah benzildimetilamina dan anhidrida yang digunakan adalah asam asetat anhidrida. Chodroff, dkk (1946) telah berhasil mereaksikan antara amina sekunder dengan ftalat anhidrida.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka hipotesis pada penelitian ini adalah penggunaan senyawa berbasis amina yang mengandung silikon (*silicone-contained polyamine*) dan anhidrida sebagai *curing agent* dapat meningkatkan sifat mekanik dan stabilitas termal resin epoksi.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

- a. Bagaimana pengaruh *silicone* dan *anhydride-contained polyamine* sebagai *curing agent* terhadap sifat mekanik epoksi?
- b. Bagaimana pengaruh *silicone* dan *anhydride-contained polyamine* sebagai *curing agent* terhadap stabilitas termal epoksi?
- c. Bagaimana pengaruh *silicone* dan *anhydride-contained polyamine* sebagai *curing agent* terhadap sifat fisika dan kimia epoksi?

### 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

- a. Tekanan dianggap 1 atm (tekanan ideal).
- b. Temperatur awal untuk semua pengerjaan adalah temperatur ruang.
- c. Pengadukan campuran material dianggap homogen untuk seluruh komposisi.
- d. *Impurities* pada saat melakukan percobaan dianggap tidak ada.
- e. *Raw materials* dianggap *pure*.
- f. Peralatan yang digunakan selama penelitian dianggap bebas pengotor

### 1.4 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, maka yang menjadi tujuan penelitian ini adalah:

- a. Mampu menganalisis pengaruh *silicone* dan *anhydride-contained polyamine* sebagai *curing agent* terhadap sifat mekanik epoksi.
- b. Mampu menganalisis pengaruh *silicone* dan *anhydride-contained polyamine* sebagai *curing agent* terhadap sifat termal epoksi.
- c. Mampu menganalisis pengaruh *silicone* dan *anhydride-contained polyamine* sebagai *curing agent* terhadap sifat fisika dan kimia epoksi.

### 1.5 Manfaat Penelitian

- a. Sebagai bahan pertimbangan pembuatan produk epoksi dan pembuatan *curing agent* bagi industri.
- b. Sebagai dasar untuk melakukan penelitian lanjutan dengan menggunakan epoksi sebagai dasar polimernya dan gugus amina sebagai *curing agent*.

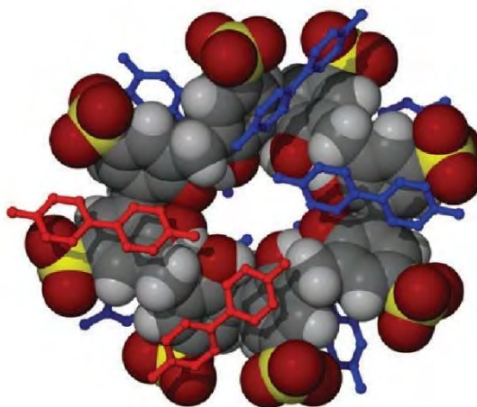
## BAB 2

### KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

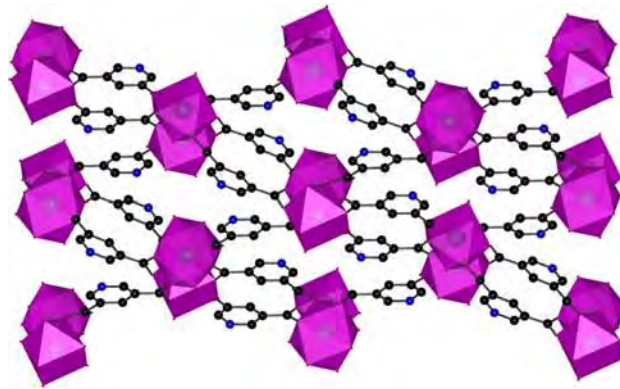
#### 2.1 Polimer

##### 2.1.1 Definisi Polimer

Polimer adalah molekul besar yang dibangun dengan pengulangan kecil, unit kimia sederhana (Billmeyer, 1984). Polimer adalah material dengan berat molekul yang sangat tinggi yang telah ditemukan dan memiliki berbagai macam aplikasi dalam kehidupan masyarakat modern (Kumar dan Gupta, 2003). Polimer mengandung ribuan sampai jutaan atom dalam molekul yang besar; sering disebut makromolekul. Polimer disusun dengan gabungan sejumlah besar molekul kecil yang disebut monomer. Polimer dapat dianggap sebagai bangunan besar dan monomer sebagai batu bata yang akan masuk ke bangunan besar tersebut. Polimer adalah struktur makromolekul yang dihasilkan baik melalui proses sintesis maupun secara alami (Osswald dan Menges, 2012). Katun, sutra, karet alam, gading, damar dan kayu adalah beberapa material polimer yang terjadi secara alami dengan struktur makromolekular organik, sedangkan material anorganik alami termasuk kuarsa dan kaca. Kelas lainnya dari material organik dengan struktur makromolekul direpresentasikan dengan polimer sintetik, yang dihasilkan melalui reaksi polimerisasi adisi atau *chain growth polymerization* dan kondensasi atau *radical initiated polymerization*. Ilustrasi polymer 3D dapat dilihat pada Gambar 2.1 dan 2.2.



Gambar 2.1 Perspektif dari struktur senyawa menunjukkan koordinasi polimer 3D (Dalgarno, 2005)



Gambar 2.2 Tampilan polihedron dari jaringan tiga dimensi dibangun dari gugus ligan pyridinium yang dirakit menjadi rantai berhingga (Lui, 2008)

Gambar 2.1 menunjukkan perspektif koordinasi polimer tiga dimensi. Gambar 2.2 menunjukkan ikatan *crosslink network* pada gugus ligan pyridinium yang membentuk polimer termoset.

### 2.1.2 Jenis-jenis Polimer

Terdapat berbagai jenis polimer baik yang tersedia secara alami, maupun yang dibuat berdasarkan sintesis di Laboratorium. Dengan banyaknya jenis polimer, maka sistem klasifikasi polimer dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu:

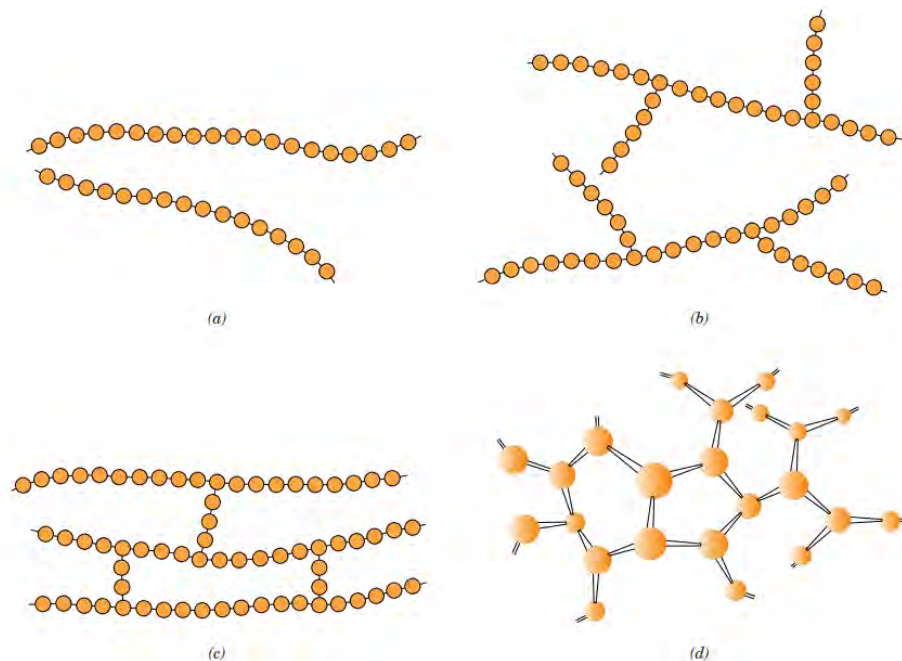
- a. Berdasarkan sumber atau asal.

Berdasarkan sumbernya polimer dapat dikelompokkan dalam 3 kelompok, yaitu:

- 1) Polimer alam, yaitu polimer yang terjadi secara alami.  
Contoh: karet alam, karbohidrat, protein, selulosa, dan wol.
- 2) Polimer Semi Sintesis, yaitu polimer yang diperoleh dari hasil modifikasi polimer alam dan bahan kimia.  
Contoh: selulosa nitrat, selulosa diasetat, karet vulkanisasi
- 3) Polimer sintesis, yaitu polimer yang dibuat melalui polimerisasi dari monomer-monomer polimer.  
Contoh: fenol formaldehida, poliamida, polietilena, teflon (politetrafluoroetilena), dan PVC

b. Berdasarkan bentuk susunan rantai.

- 1) Polimer linear, yaitu polimer yang tersusun dengan unit ulang berikatan satu sama lainnya membentuk rantai polimer yang panjang. Contoh: polietilena, poli(vinil klorida), polistirena, poli(metil metakrilat), poliamida, *high-density polyethylene* (HDPE) dan fluorokarbon.
- 2) Polimer bercabang, yaitu polimer yang terbentuk jika beberapa unit ulang membentuk cabang pada rantai utama. Contoh: *Low-density polyethylene* (LDPE).
- 3) Polimer berikatan silang (*Crosslinking*), yaitu polimer yang terbentuk karena beberapa rantai polimer saling berikatan satu sama lain pada rantai utamanya. Contoh: vulkanisasi.
- 4) Polimer jaringan, yaitu monomer multifungsi yang membentuk tiga atau lebih ikatan kovalen aktif membuat jaringan tiga dimensi. Gambar 2.3 menunjukkan model ikatan kovalen pada berbagai jenis polimer.



Gambar 2.3 Polimer berdasarkan bentuk susunan rantai: (a) polimer linier, (b) polimer bercabang, (c) polimer berikatan silang, (d) polimer jaringan (Callister, 2009)



Berdasarkan Gambar 2.3 dapat dilihat bahwa polimer jaringan dan polimer berikatan silang memiliki jumlah ikatan yang lebih banyak. Semakin banyak jumlah ikatan yang terjadi, maka kekuatan mekanik dan stabilitas termal akan semakin baik.

c. Berdasarkan sifat mekanik dan termal.

- 1) Termoplastik, yaitu polimer yang bisa mencair dan melunak. Hal ini karena polimer-polimer tersebut tidak berikatan silang (linier atau bercabang) dan biasanya bisa larut dalam beberapa pelarut.

Contoh: polistirena, polikarbonat, HDPE, LDPE, poliamida.

- 2) Termoset, yaitu polimer yang tidak mau mencair atau meleleh jika dipanaskan. Polimer-polimer termoset tidak bisa dibentuk dan tidak dapat larut karena pengikatan silang, menyebabkan kenaikan berat molekul yang besar.

Contoh: Epoksi, Melamin, *unsaturated polyester*, *phenolic*.

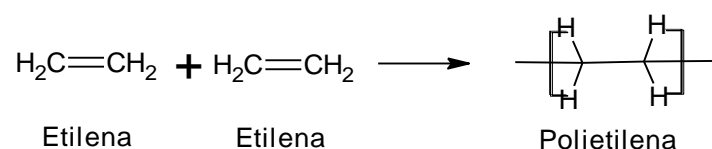
- 3) Elastomers, yaitu polimer dengan regangan elastik yang besar. Regangan ini terjadi karena melurus kembalinya rantai-rantai polimer.

Contoh: polibutadiena, poliisoprena, *silicone rubber*, *styrene butadiene rubber*.

d. Berdasarkan reaksi polimerisasi

- 1) Poliadisi, yaitu polimer yang terjadi karena reaksi adisi. Reaksi adisi atau reaksi rantai adalah reaksi penambahan (satu sama lain) molekul-molekul monomer berikatan rangkap atau siklik biasanya dengan adanya suatu pemicu berupa radikal bebas atau ion.

Contoh: reaksi pembentukan polietilena dapat dilihat dari Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Reaksi pembentukan polietilena

Gambar 2.4 menunjukkan proses pembentukan polietilena yang terjadi melalui reaksi polimerisasi poliadiisi. Monomer etilena mengalami proses inisiasi sehingga memutuskan ikatan  $\pi$  dan akan berikatan dengan radikal bebas (proses propagasi). Propagasi akan berlanjut secara kontinu hingga suplai monomer habis sehingga aktivitas radikal juga hilang dan mencapai tahap terminasi.

- 2) Polikondensasi, yaitu polimer yang terjadi karena reaksi kondensasi/reaksi bertahap.

Contoh: reaksi pembentukan poliamida 66 (Gambar 2.5)

e. Berdasarkan jenis monomer

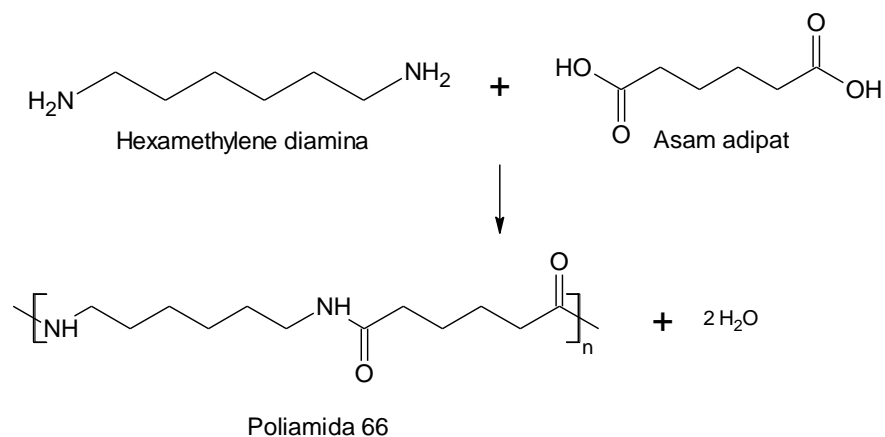
- 1) Homopolimer yakni polimer yang terbentuk dari penggabungan monomer sejenis dengan unit berulang yang sama. Contoh: Polietilena
- 2) Kopolimer, yaitu polimer yang terbentuk dari beberapa jenis monomer yang berbeda.

Kopolimer terbagi menjadi 4 kelompok yaitu (Sharma, 2012):

- a) *Random copolymers*: dimana  $M_A$  dan  $M_B$  diselingi secara acak dengan distribusi urutan rantai. Misalnya, kopolimer dengan unit berulang dalam rantai tulang punggung dari monomer A dan B dapat memiliki struktur mikro yang telah mengikuti distribusi urutan rantai:

$-M_A M_A M_B M_B M_B M_A M_B M_A M_B M_B M_B M_A M_A M_A M_A M_B M_B M_A M_A-$

Contoh: Poly[ethylene-ran-(vinyl acetate)]



Gambar 2.5 Reaksi polikondensasi pembentukan poliamida 66 (Hudgin, 2006)

Gambar 2.5 menunjukkan reaksi polimerisasi kondensasi poliamida 66 yang terbentuk dari senyawa heksametilendiamina dan asam adipat dengan bantuan katalis asam.

- b) *Alternating copolymers*: kopolimer dengan dua unit berulang pada rantai utama dari monomer A dan B yang memiliki struktur mikro yang telah mengikuti distribusi urutan rantai:

$-M_A M_B M_A M_B M_A M_B M_A M_B M_A M_B M_A M_B M_A M_B M_A M_B M_A M_B-$

Contoh: Poly[styrene-*alt*-(maleic anhydride)]

- c) *Block copolymers*: kopolimer yang terdiri dari unit berulang dari monomer A dan B dapat memiliki mikrostruktur blok berikut:

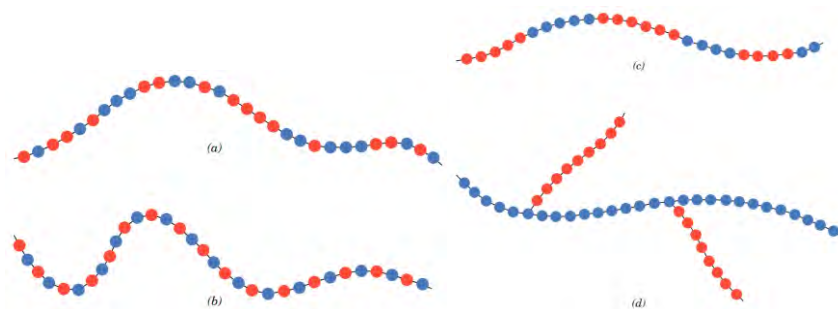
$-M_A M_A M_A M_A M_B M_B M_B M_B M_A M_A M_A M_A M_B M_B M_B M_B M_A M_A M_A M_A-$

Contoh: Polistirena-*block*-polibutadiena.

- d) *Graft copolymers*: kopolimer yang terdiri dari unit berulang dari monomer A dan B dapat diasumsikan sebagai sebuah mikrostruktur graft.

Contoh: Polybutadiene-*graft*-polystyrene

Gambaran skematik jenis-jenis kopolimer dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Gambaran skematik dari (a) random, (b) alternating, (c) block, (d) graft copolymers. Dua tipe unit berulang yang berbeda ditandai dengan lingkaran biru dan merah (Callister, 2009)

- 3) Terpolimer, yaitu polimer yang terbentuk dari tiga monomer dengan tiga unit berulang yang berbeda di seluruh rantai tulang punggung.

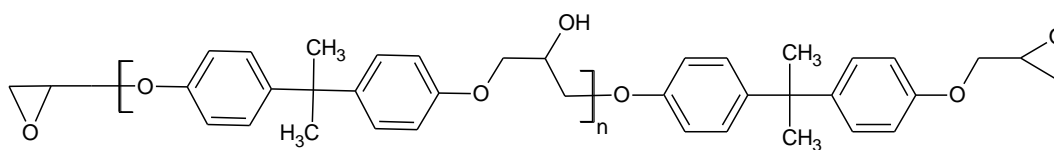
- 4) Tetrapolimer, yaitu polimer yang terbentuk dari empat monomer dengan empat unit berulang yang berbeda di seluruh rantai utama.
- 5) Multi komponen kopolimer, yaitu polimer yang terbentuk dari lebih dari dua monomer dengan unit berulang yang berbeda di seluruh rantai utama.

Selain ke empat jenis polimer di atas, terdapat juga jenis polimer yang lain yaitu polimer tipe *Unspectified* contohnya Poly[styrene-co-(methyl methacrylate)] dan polimer tipe *statistical* contohnya Poly(styrene-stat-butadiene).

## 2.2 Epoksi

### 2.2.1 Definisi Epoksi

DGEBA (*diglycidyl ether of bisphenol A*) atau biasa disebut epoksi adalah salah satu jenis polimer termoset yang terbentuk dari senyawa epiklorohidrin dan bisphenol A. Resin epoksi ditemukan pada tahun 1938 oleh Pierre Castan, seorang ahli kimia di swiss. Pada tahun 1989, 137.000 ton resin epoksi telah diproduksi di Jepang, dan resin epoksi telah digunakan dalam berbagai bidang, seperti cat, listrik, teknik sipil, dan obligasi. Hal ini karena resin epoksi memiliki sifat ikatan yang sangat baik, dan juga setelah kuring, epoksi memiliki sifat yang sangat baik pada kekuatan mekanik, ketahanan kimia, isolasi listrik. Selain itu, resin epoksi memiliki kemampuan berbagai sifat yang berbeda seperti yang dikombinasikan dan di-kuringkan bersama-sama dengan berbagai bahan yang lain. Struktur kimia resin epoksi dapat dilihat pada Gambar 2.7.

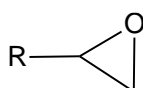


Gambar 2.7 Struktur Molekul Resin epoksi (DGEBA)  
(Pascault dan Williams, 2010)

### 2.2.2 Sifat dan Karakteristik Epoksi

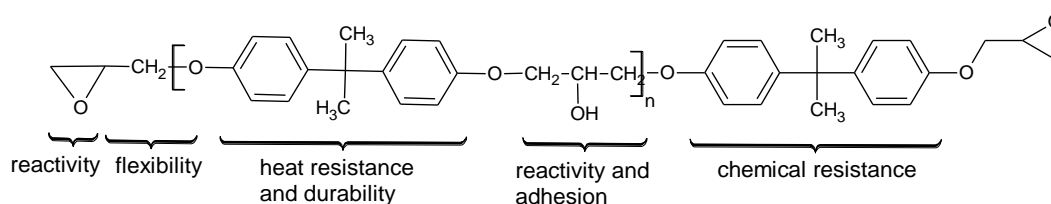
Istilah epoksi, resin epoksi dan epoksida (Eropa) mengacu pada luas grup dari senyawa reaktif yang ditandai dengan adanya cincin epoksida yang

ditunjukkan pada Gambar 2.8. Hal ini ditandai oleh cincin tiga anggota yang mengandung atom oksigen yang terikat dengan dua atom karbon yang telah bersatu (Petrie, 2006). Resin epoksi dapat berupa molekul yang mengandung lebih dari satu kelompok epoksi. Jumlah kelompok epoksi per molekul adalah fungsi dari resin. Berat ekuivalen rata-rata resin epoksi sekitar 185 dengan berat molekul 900-3000 gr/mol (Billmeyer, 1984). Gugus epoksi mampu bereaksi (1) dengan *curing agent* yang cocok atau (2) katalis (homopolimerisasi) untuk membentuk polimer dengan berat molekul yang tinggi. Setelah proses *curing*, polimer epoksi telah berikatan silang, struktur termoset dengan sifat kekuatan kohesif dan adhesive yang tinggi terbentuk. Istilah epoksi juga dapat digunakan untuk menunjukkan suatu resin epoksi di daerah termoplastik atau yang tidak dikuring.



Gambar 2.8 Struktur cincin epoksida atau oxirane (Petrie, 2006)

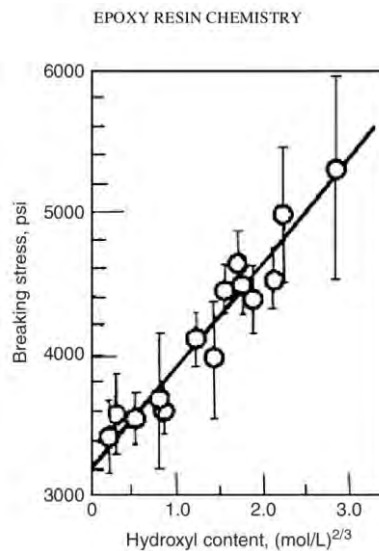
Formula umum untuk resin epoksi dapat direpresentasi oleh polimer linier dengan kelompok epoksi terminal dan kelompok hidroksil sekunder terjadi pada interval yang teratur sepanjang rantai. Struktur dan sifat resin epoksi dipengaruhi oleh berbagai kelompok kimia yang diilustrasikan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Struktur dan sifat dari resin epoksi (Petrie, 2006)

Beberapa pernyataan penting dapat dibuat secara relatif terhadap struktur molekul epoksi:

- a. Kelompok epoksi di kedua terminal molekul dan gugus hidroksil pada titik tengah molekul sangat reaktif.
- b. Adhesi yang luar biasa dari resin epoksi sebagian besar disebabkan oleh gugus hidroksil sekunder yang terletak di sepanjang rantai molekul (lihat Gambar 2.10). Kelompok epoksi umumnya digunakan selama *curing*.
- c. Bagian besar dari tulang punggung resin epoksi mengandung cincin aromatik, yang menyediakan derajat panas dan ketahanan kimia yang tinggi.
- d. Urutan alifatik antara ikatan eter memberikan ketahanan kimia dan fleksibilitas.
- e. Molekul epoksi dapat dibedakan dari berat molekul dan kimianya. Resin dapat berupa cairan viskositas rendah atau padatan keras. Viskositas rendah dapat diperoleh dari 100 persen padatan, yang menghasilkan penetrasi yang baik dan *wetting*.



Gambar 2.10 Hubungan antara kekuatan adhesif dari resin epoksi dan kandungan hidroksil (Petrie, 2006)

- f. Sejumlah besar struktur polimer dapat diperoleh tergantung dari reaksi polimerisasi dan *curing agent* yang terlibat. Hal ini menyebabkan resin

yang serbaguna dapat *cure* secara perlahan atau cepat pada temperatur kamar atau pada suhu yang lebih tinggi.

- g. Tidak ada molekul kecil seperti air yang dibebaskan selama proses *curing*. Dengan demikian, epoksi menunjukkan penyusutan rendah dan dapat *cured* pada tekanan rendah. Hal ini memberikan *adhesive joint* dengan derajat internal stress yang sangat rendah ketika *cured*.

Rasio bahan utama yang digunakan dalam sintesis resin epoksi (epiklorohidrin: bisphenol A) menentukan sejauh mana reaksi dan berat molekul (atau nilai *n* unit yang berulang dalam rantai molekul). Penambahan bisphenol A ke campuran reaksi akan meningkatkan berat molekul resin dan juga nilai *n*. karena *n* meningkat, viskositas atau titik lebur dari resin juga akan meningkat. Juga sebagaimana nilai *n* meningkat, jumlah grup hidroksil meningkat sementara jumlah grup epoksi tetap konstan. Secara umum sifat mekanik dan stabilitas panas resin epoksi dapat dilihat pada Tabel 2.1 dan Tabel 2.2.

Tabel 2.1 Sifat mekanik resin epoksi dengan *Methylene Dianiline* sebagai *curing agent*

Sifat	Nilai
Viskositas, cP at 70°C	100
Kekuatan Fleksural, MPa	117
Modulus Fleksural, MPa	1565
Kekuatan tekan, MPa	221
Kekuatan tarik, MPa	56
Ultimate elongation, %	3.8
Kekuatan Impak, ft.lb/in notch	0.44
Kekerasan, Rockwell M	106

Sumber: Petrie, 2006

Pada Tabel 2.1, kekuatan tarik epoksi sekitar 56 MPa dan modulus fleksural 1565 MPa. Peningkatan kekuatan tarik, titik lebur, maupun modulus fleksural sangat penting untuk pengembangan aplikasi resin epoksi secara

komersial. Oleh sebab itu, pada beberapa penelitian dilakukan rekayasa berupa pembuatan bisphenol jenis baru dengan kekuatan dan stabilitas termal yang lebih tinggi dibandingkan bisphenol A (BPA).

Tabel 2.2 Sifat termal dari beberapa jenis formulasi epoksi

Sifat	Metode	Curing agent			
		BF <sub>3</sub> : amina kompleks	DTA	MPD	Diamina alifatik
Heat distortion temperature, °C	ASTM D 648	120	91	131	47
Modified Vicat penetration, °C		125	93	136	51
Coefficient of thermal expansion, in/in.°C	ASTM D 696				
a. Below T <sub>g</sub>		6,38 X 10 <sup>-5</sup>	6,00 X 10 <sup>-5</sup>	5,83 X 10 <sup>-5</sup>	7,79 X 10 <sup>-5</sup>
b. Above T <sub>g</sub>		16,4 X 10 <sup>-5</sup>	17,9 X 10 <sup>-5</sup>	20,8 X 10 <sup>-5</sup>	20,0 X 10 <sup>-5</sup>
Glass transition temperature, °C	ASTM D 696	141	122	190	47

Sumber: Petrie, 2006

### 2.2.3 Sintesis Epoksi

Seperti yang telah disebutkan, epoksi dapat dibuat dari pencampuran antara epiklorohidrin dan bisphenol A. Reaksi polimerisasi yang terjadi adalah reaksi polikondensasi dan *ring-opening*. Pembentukan epoksi melalui dua tahap yakni mencampurkan bisphenol A dengan epiklorohidrin ditambah katalis asam hingga membentuk senyawa antara bis-( $\alpha$ -chlorohydrin) dari bisphenol A. Tahapan berikutnya adalah penambahan larutan basa dalam larutan intermediat hingga menghasilkan epoksi (patent, EP 1 406 885 B1). Mekanisme reaksi pembentukan epoksi melalui dua tahap yang dapat dilihat pada Gambar 2.11. dari Gambar 2.11 dapat dilihat reaksi kondensasi antara bisphenol A dan epiklorohidrin dimana katalis asam akan menyerang gugus epoksida dari epiklorohidrin yang aktif sehingga rantai siklik pada gugus epoksida akan terbuka dan menjadi tidak stabil karena elektron tertarik pada atom O yang lebih elektronegatif. Pada sisi bisphenol A, atom H dari gugus –OH akan terputus dan



terlepas dalam bentuk proton ( $H^+$ ) dan ditangkap oleh atom O yang kelebihan muatan elektron. Adapun atom O dari bisphenol A yang kelebihan muatan akan bereaksi dan membentuk ikatan kovalen dengan  $C^*H_2$  yang kekurangan elektron. Sehingga dapat dilihat bisphenol A berikatan dengan epiklorohidrin. Pada reaksi tahap ke dua ditambahkan katalis basa (NaOH) untuk memutuskan Cl yang masih terikat pada material yang terbentuk. Hasil akhir berupa epoksi tipe DGEBA dengan dua gugus epoksida aktif pada kedua ujung molekulnya. Resin epoksi cair komersial yang dibuat dari bisphenol A dan epiklorohidrin memiliki berat molekul rata-rata 340 – 400, oleh karena itu bahan resin epoksi sebagian besar terdiri dari eter diglisidil.

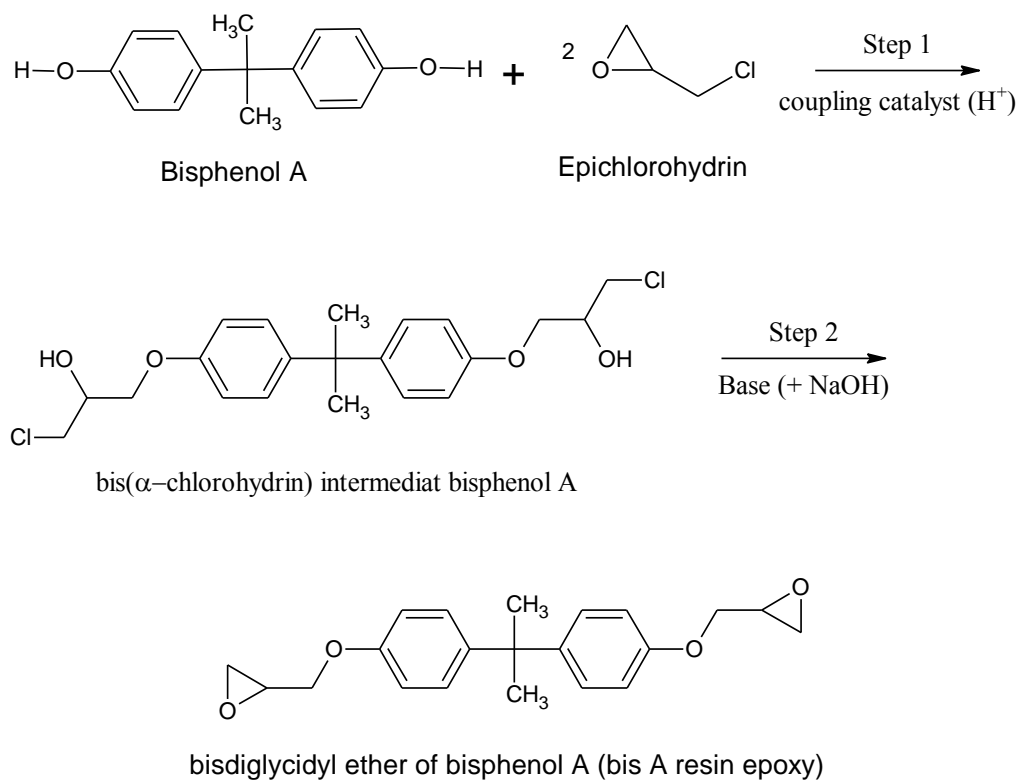
#### **2.2.4 Resin Epoksi Lainnya**

Berdasarkan buku "*Epoxy Adhesive Formulations*" yang ditulis oleh Edward M. Petrie tahun 2006, terdapat beberapa jenis epoksi yang diketahui selain *Diglycidyl Ether Bisphenol A* (DGEBA). Epoksi yang paling umum yaitu epoksi novolak, glycidyl ether of tetraphenolethane, bisphenol F-based resins, dan resin alifatik dan sikloalifatik.

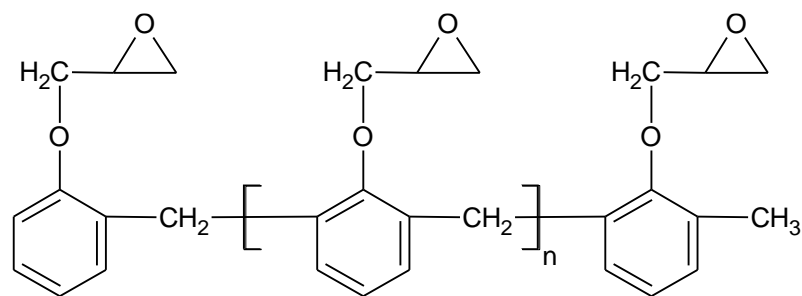
##### **2.2.4.1 Epoksi Novolak dan Fenol Lainnya**

Resin dengan fungsi lebih besar dari DGEBA dapat diproduksi dalam beberapa cara. Polioliol yang memiliki lebih dari dua kelompok hidroksil per molekul (misalnya, resin fenol novolak) dapat direaksikan dengan epiklorohidrin menghasilkan resin epoksi novolak dengan struktur ditunjukkan pada Gambar 2.12.

Resin epoksi novolak disintesis oleh reaksi dari fenolik atau kresol novolak dengan epiklorohidrin melalui cara yang sama seperti resin bisphenol A. Jumlah kelompok epoksi per molekul tergantung pada jumlah hidroksil dalam molekul fenol novolak dan sejauh mana mereka bereaksi. Epoksidasi lengkap dapat dicapai, tetapi hal ini akan menyebabkan faktor sterik, yang bisa membatasi ukuran penggunaan dari polimer yang dikuring. Dengan demikian, epoksidasi selektif sering dipraktikkan.



Gambar 2.11. Skematik mekanisme reaksi polikondensasi pembentukan resin epoksi (patent, EP 1 406 885 B1)



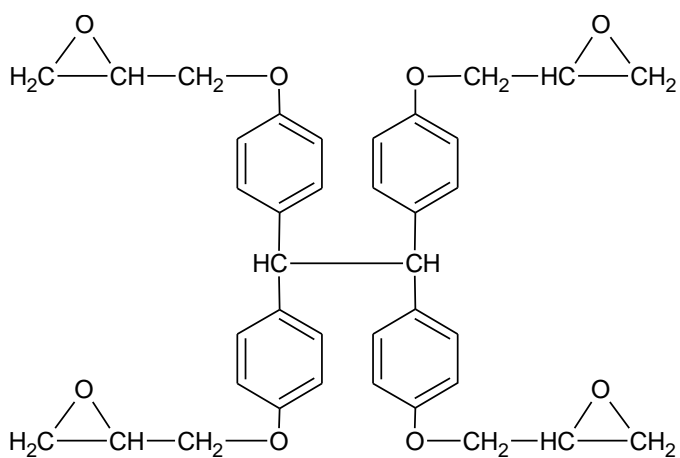
Gambar 2.12 Struktur kimia resin epoksi novolak (Petrie, 2006)

Gambar 2.12 menunjukkan struktur kimia resin epoksi novolak. Dari gambar tersebut dapat dilihat setiap epoksi memiliki satu cincin benzena dan satu cincin epoksida yang reaktif dan yang akan berikatan dengan senyawa lain akibat terbukanya cincin epoksida tersebut.

#### 2.2.4.2 Glycidyl Ether of Tetraphenolethane

Sejumlah besar fenol polihidrat digunakan untuk mempersiapkan eter diglisidil. Polifenol, 1:1,2:2-(p-hydroxyphenol)etana, digunakan untuk mempersiapkan resin epoksi tetrafungsional, *tetraglycidyl ether of tetraphenolethane*. Fungsi resin komersial (misalnya, Epon Resin 1031, Resolusi Kinerja Produk, LLC) adalah sekitar 3,5. Hal ini membentuk resin padat (titik leleh 80°C) dengan struktur seperti ditunjukkan pada Gambar 2.13. Produk komersial berupa resin padat dan larutan.

Mirip dengan epoxy resin novolak, resin *tetraglycidyl eter of tetraphenolethane* biasanya digunakan dalam campuran dengan resin cair berat molekul (MW) rendah. Kandungan tinggi ring aromatik dikombinasikan dengan *polyfunctionality* memberikan peningkatan stabilitas termal untuk aplikasi suhu tinggi. Ketahanan kimia dan ketahanan kelembaban resin *epoxy tetraglycidyl ether tetraphenolethane* yang *cured* juga luar biasa.



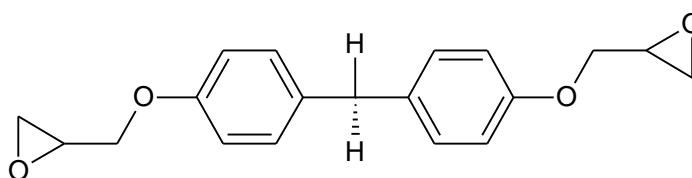
Gambar 2.13 Struktur kimia dari resin epoksi *glycidyl ether of tetraphenolethane* (Petrie, 2006)

#### 2.2.4.3 Resin Epoksi-Bisphenol F

Resin eter diglisidil berdasarkan bisphenol F (DGEBF) telah dikembangkan untuk memberikan resin epoksi yang dikuring dengan fleksibilitas yang lebih besar dan suhu pelunakan rendah dari resin epoksi DGEBA konvensional. Penyusunan resin bisphenol F adalah dari formaldehida dan fenol.

Tiga isomer yang mungkin karena substitusi dapat terjadi pada posisi orto, meta, atau para. Proporsi isomer tergantung pada pH media reaksi.

Resin DGEBF memiliki viskositas jauh lebih rendah (umumnya urutan besarnya) dari rekan-rekan mereka DGEBA dengan nilai  $n$  yang sama. Viskositas rendah dari resin DGEBF menyediakan lintang yang lebih besar dalam formulasi. Kerugian utama dari bisphenol epoxy resin F adalah biayanya secara signifikan lebih tinggi dari resin DGEBA. Untuk lebih jelasnya struktur kimia DGEBF dapat dilihat pada Gambar 2.14



Gambar 2.14 Struktur kimia dari resin bisphenol F (4,4 isomer)  
(Petrie, 2006)

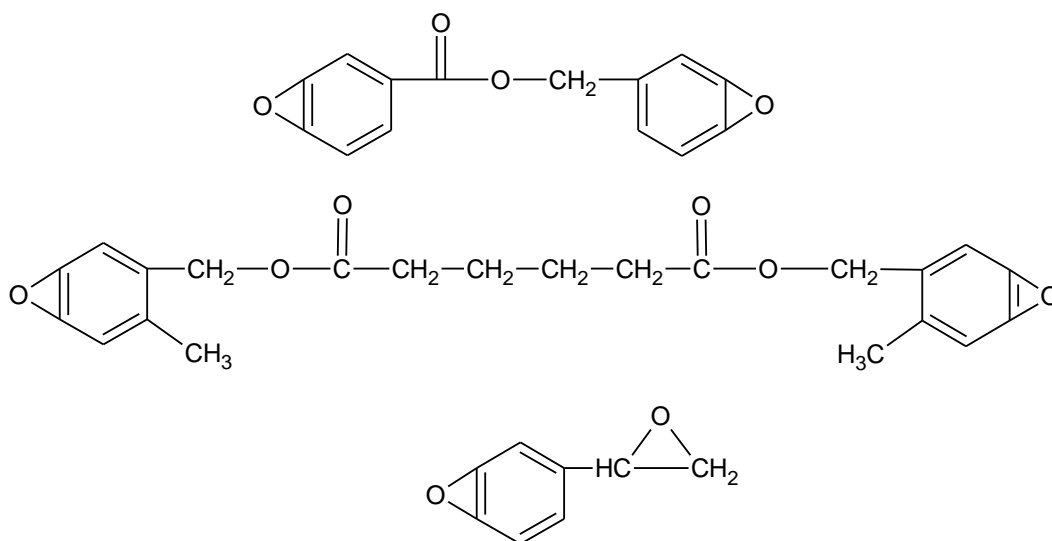
Epoxy resin berbasis bisphenol F (Gambar. 2.14) analog dengan epoxy resin berbasis DGEBA dalam banyak hal. Keduanya menggunakan *curing agent* dan mekanisme reaksi yang sama. Epoksi bisphenol F sering digunakan dalam campuran dengan resin DGEBA untuk menurunkan viskositas atau memodifikasi sifat-sifat tertentu.

#### 2.2.4.4 Resin Alifatik dan Sikloalifatik

Epoxy resin alifatik dan sikloalifatik dihasilkan dari epoksidasi senyawa olefin. Proses epoksidasi melibatkan penggunaan senyawa olefin atau *polyolefinic* dan perasam (misalnya, asam perasetat) atau zat pengoksidasi lain seperti hidrogen peroksida, molekul oksigen, atau bahkan udara. Beberapa struktur resin epoksi sikloalifatik umum diilustrasikan pada Gambar. 2.15.

Grade khusus dari *glycidyl epoxies ether* telah dibuat dengan komponen seperti gliserol, poliglikol, pentaeritritol, dan minyak kacang mete. Resin *epoxy-polyglycidol* lainnya telah dihasilkan dari reaksi epiklorohidrin dan poliester poliol berdasarkan etilena atau propilena oksida. Resin ini dihasilkan oleh reaksi

dari epiklorohidrin dengan poliol dengan adanya katalis, mirip dengan eter glisidil berbasis fenolik.

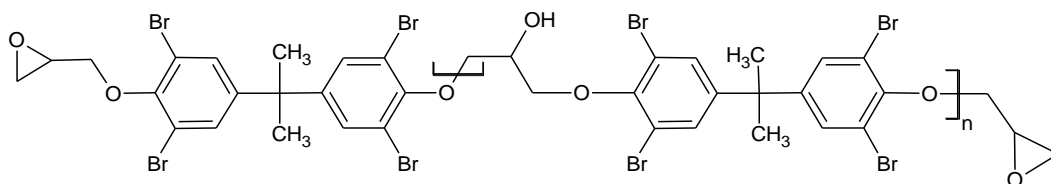


Gambar 2.15 Beberapa struktur umum resin epoksi sikloalifatik (Petrie, 2006)

#### 2.2.4.5 Resin Epoksi DGEBA Brominasi

Resin epoksi DGEBA brominasi merupakan produk reaksi dari epiklorohidrin dan bisphenol A yang dibrominasi. Terutama digunakan untuk aplikasi yang berkaitan dengan ketahanan terhadap api seperti *printed-circuit boards* dan produk lain yang perlu tahan api. Tetrabromobisphenol A merupakan senyawa tahan api terbesar dari sisi komersial yang digunakan saat ini. Tetrabromobisphenol A digunakan kira-kira 95% dari keseluruhan *printed wiring boards* tahan api dan digunakan dalam banyak *surface-mounted* tahan api. Tetrabromobisphenol A diproduksi oleh beberapa produsen dan dihargai sebagai produk komunitas. Hasil resin tersedia terutama sebagai semi-padat atau padat dalam pelarut. Resin ini memiliki sifat yang mirip dengan epoksi DGEBA yang lain kecuali memiliki kandungan bromin yang tinggi (18 sampai 21%) dalam resin yang telah jadi menyediakan ketahanan api yang luar biasa. Tetrabromo

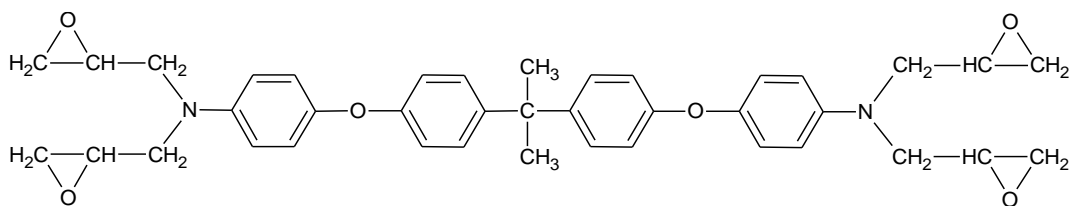
difenilolpropana (Gambar 2.16) adalah contoh dari resin epoksi brominasi komersial.



Gambar 2.16 Struktur kimia resin epoksi didasarkan pada tetrabromo diphenylolpropane (Petrie, 2006)

Resin epoksi standar biasanya dicampur dengan resin epoksi brominasi untuk menyediakan konsentrasi bromin yang diperlukan untuk menyediakan ketahanan temperatur api. Resin brominasi juga telah digunakan sebagai aditif tahan api dalam senyawa tahan api. Fungsi resin epoksi brominasi dengan membebaskan gas asam halida sebagai produk termal yang terurai pada suhu yang terjadi dalam api. Gas-gas halida bertindak sebagai alat pemadam yang secara signifikan meningkatkan suhu pengapian dari resin epoksi yang dikuring. Volume gas yang dibebaskan dan derajat tahan api tergantung pada isi bromin dari epoksi yang dikuring.

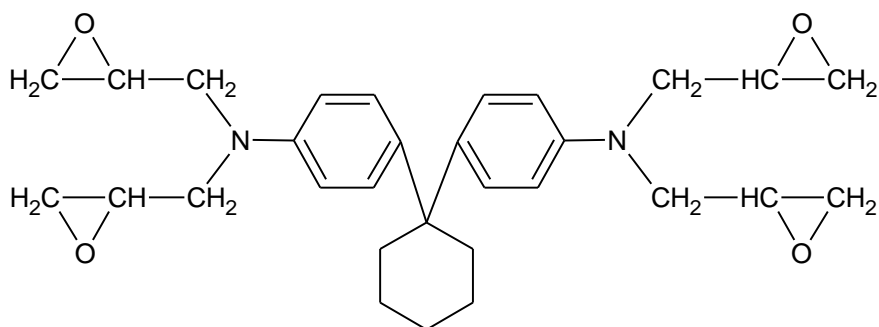
Peneliti terdahulu juga telah melakukan dan berhasil mensintesis epoksi jenis baru. Misalnya penelitian yang dilakukan oleh Patel dan Patel (1990) yang menemukan epoksi jenis baru yaitu N,N,N',N'-tetraglycidyl-2,2-bis-[4-(*p*-aminophenoxy)-phenyl]propane (Gambar 2.17). Rasmika melakukan proses cure pada epoksi tersebut dengan menggunakan beberapa *curing agent* seperti *p,p'*-diaminodiphenyl ether (DDE), *p,p'*-diaminodiphenylmethane (DDM), *p,p'*-diaminodiphenylsulfone (DDS), dan diethyltriamine (DETA). Hasil yang diperoleh adalah produk *network* epoksi memiliki stabilitas termal yang tinggi. Hal ini disebabkan karena gugus aromatik yang banyak pada resin epoksi jenis baru ini.



Gambar 2.17 Struktur molekul resin epoksi *N,N,N',N'*-tetraglycidyl-2,2-bis-[4-(*p*-aminophenoxy)-phenyl]propane (Patel dan Patel, 1990)

Gambar 2.17 menunjukkan salah satu jenis resin epoksi yang memiliki empat gugus aromatik dan empat cincin epoksida. Banyaknya cincin epoksida meningkatkan kereaktifan *curing* dari resin epoksi tersebut.

Patel, dkk (1991) dalam penelitiannya berhasil mensintesis resin epoksi jenis baru yaitu *N,N,N',N'*-tetraglycidyl-1,1-bis[(4-amino-3-methyl)-phenyl]-cyclohexane (Gambar 2.18). Peneliti kemudian menganalisis stabilitas termal menggunakan beberapa jenis *curing agent*. Hasil yang diperoleh adalah temperatur degradasi sangat tinggi yaitu sekitar 440-540°C.



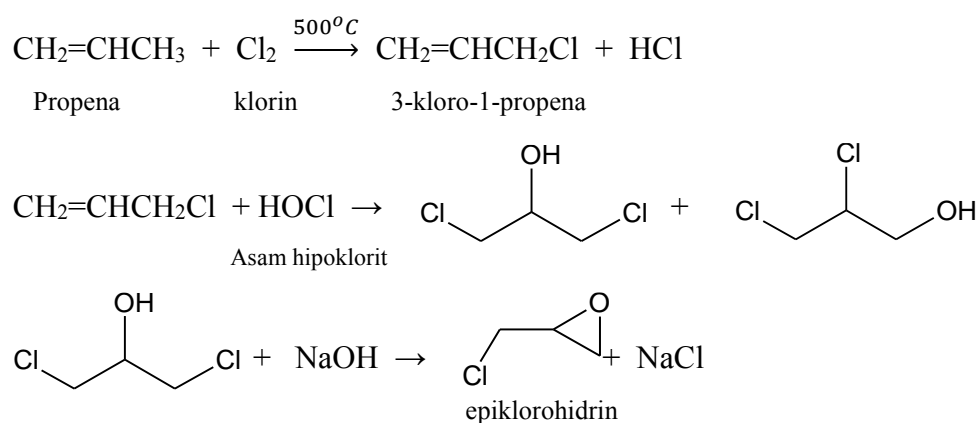
Gambar 2.18 Resin epoksi jenis *N,N,N',N'*-tetraglycidyl-1,1-bis[(4-amino-3-methyl)-phenyl]-cyclohexane (Patel, dkk, 1991)

## 2.2.5 Pembuatan Monomer Epoksi (DGEBA)

### 2.2.5.1 Pembuatan Epiklorohidrin

1-kloro-2,3-epoksi-propana atau yang dikenal sebagai epiklorohidrin adalah bahan kimia antara yang terutama digunakan dalam pembuatan resin

epoksi tipe DGEBA. Epiklorohidrin juga digunakan untuk memproduksi elastomer, resin poliamida-epiklorohidrin, bahan kimia pengolahan air, sintesis gliserol, poliol dan berbagai turunan glisidil, dan lain-lain. Sintesis epiklorohidrin dapat dilakukan dengan beberapa cara tergantung pada jenis bahan dasar yang digunakan. Pencampuran propena dengan gas klorin pada temperatur 500°C menghasilkan epiklorohidrin sekitar 86 % mol (Wittcoff dkk, 2004).



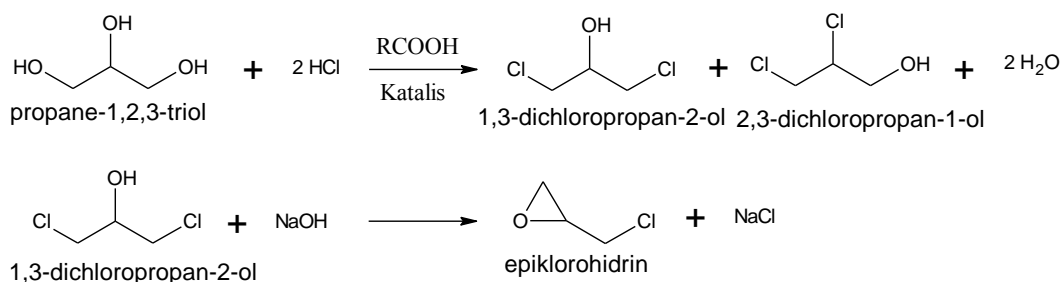
Gambar 2.19 Skema rute komersial yang dominan untuk epiklorohidrin melalui proses tahapan yang terdiri dari klorinasi allylic awal propilena ke alil klorida (Bell dkk, 2008)

Meskipun dipraktekkan pada skala yang sangat besar, proses pada Gambar 2.19 mengalami beberapa kondisi yang tidak diinginkan, terutama efisiensi atom klorin yang rendah. Hanya satu dari empat klorin yang digunakan dalam pembuatan epiklorohidrin dalam rute ini. Sisanya muncul sebagai produk samping hidrogen klorida atau limbah klorida anion. Selain itu ketidakefisienan di klorinasi dan langkah hipoklorinasi mengarah pada pembentukan organik terklorinasi yang tidak diinginkan yang mahal untuk dibuang (Bell dkk, 2008). Faktor-faktor tersebut telah mendorong pencarian rute alternatif untuk epiklorohidrin yang lebih efisien dan ramah lingkungan. Kenaikan bahan baku petrokimia seperti propilena juga berkontribusi untuk mempercepat pencarian untuk proses yang menggunakan bahan baku yang lebih murah.

Rute yang ditawarkan oleh Bell yaitu menggunakan gliserin sebagai bahan baku utama. Pemilihan gliserin karena gliserin semakin banyak tersedia sebagai produk sampingan dari pembuatan biodiesel terutama di Eropa. Akibatnya,

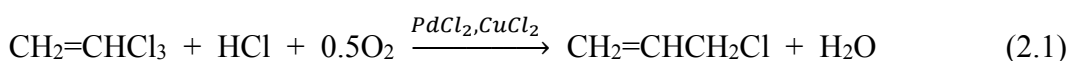


volume gliserin yang terbarukan meningkat dan harganya menjadi menurun. Gliserin juga dapat diubah secara termokimia menjadi propilen glikol, aseton dan berbagai macam produk. Gliserin juga digunakan sebagai bahan baku dalam proses fermentasi dalam proses bioteknologi. Reaksi pembentukan epiklorohidrin dapat dilihat pada Gambar 2.20.

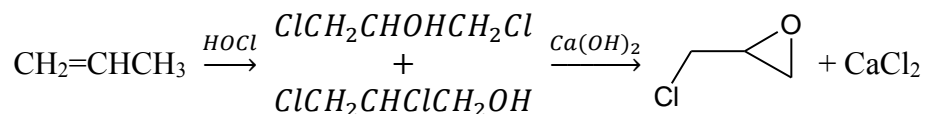


Gambar 2.20. Skematik Rute pembentukan epiklorohidrin yang menggunakan gliserin terbarukan sebagai bahan baku dalam proses dua langkah yang terdiri dari hidroklorinasi awal gliserin dengan hydrogen klorida yang menghasilkan 30 – 50:1 campuran 1,3-dikloropropan-2-ol dan 2,3-dikloropropan-1-ol, diikuti oleh reaksi dengan basa. Proses ini hanya menghasilkan setara dengan satu limbah klorida (Bell dkk, 2008)

Telah dirancang rute lain untuk sintesis epiklorohidrin yang belum komersial yaitu melalui proses oksidasi klorinasi dimana propena dikatalisis dengan palladium dan tembaga klorida pada temperatur yang lebih rendah dari 240°C.



Epoksidasi alil klorida untuk menghasilkan epiklorohidrin juga telah dilakukan melalui proses tradisional. Perlakuan alil klorida dengan asam hipoklorit menghasilkan 1,3-dikloro-2-hidroksipropana ( $\text{ClCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{Cl}$ ) dan 1,2-dikloro-3-hidroksipropana ( $\text{ClCH}_2\text{CHClCH}_2\text{OH}$ ) dengan rasio 9:1. Pembentukan epiklorohidrin berlangsung pada temperatur di bawah 60°C dengan tambahan 10-15% berat kalsium hidroksida kental. Hasil yang diperoleh hampir 100% berupa epiklorohidrin. Reaksi pembentukan epiklorohidrin menggunakan propena dapat dilihat pada Gambar 2.21. Dalam keseluruhan proses pembentukan epiklorohidrin dari propilena, 75% klorin yang terbuang, yaitu tidak muncul pada produk akhir (Wittcoff dkk, 2004).

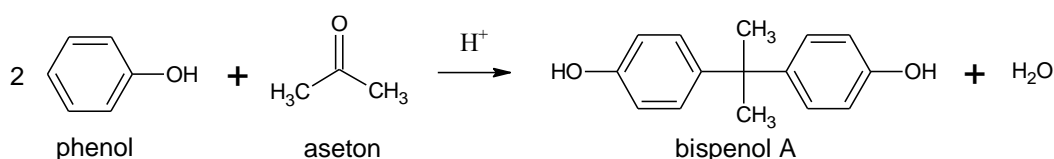


Gambar 2.21 Reaksi pembentukan epiklorohidrin

### 2.2.5.2 Pembuatan Bisphenol A (BPA)

4,4'-(propana-2,2'-diyl)dipenol atau yang disebut bisphenol A (BPA), merupakan bahan baku penting untuk produksi resin epoksi (27%) dan polikarbonat (71%). Selain itu, BPA juga digunakan sebagai perantara (*binding*, *plasticizing*, *hardening*) dalam plastik, cat, *binding materials* dan material pengisi. Selanjutnya bisphenol A digunakan sebagai aditif untuk *flame-retardant*, cairan rem dan *thermal papers*. BPA secara konvensional diproduksi menggunakan katalis asam melalui proses kondensasi antara fenol dan aseton dengan menggunakan resin pertukaran-ion yang dipromosikan oleh senyawa merkapto. Resin pertukaran-ion menunjukkan kinerja yang sangat baik pada sintesis BPA (Shimizu dkk, 2008). Reaksi pembentukan BPA dapat dilihat pada Gambar 2.22.

Kondensasi aseton dan fenol secara tradisional dikatalisis dengan hidrogen klorida sekitar 50°C. Substitusi dari katalis padat, seperti resin penukar ion tersulfonasi, untuk hidrogen klorida korosif, memberikan reaksi yang lebih ekologis.



Gambar 2.22 Reaksi pembentukan bisphenol A  
(Shimizu dkk, 2008)

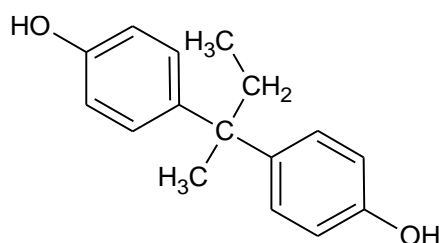
Dari Gambar 2.22 dapat dilihat bahwa katalis asam akan menyerang ikatan rangkap pada gugus karbonil (C=O) sehingga oksigen akan terlepas dengan

membawa kelebihan elektron. Sebaliknya, C akan berubah menjadi C<sup>\*\*</sup>. Untuk menstabilkan C, maka fenol akan memutuskan salah satu atom hidrogen pada gugus benzenanya (kedudukan C pada posisi para) sehingga hidrogen terlepas menjadi H<sup>+</sup>. Setiap satu molekul aseton membutuhkan dua molekul fenol membentuk bisphenol A. Adapun H<sup>+</sup> yang terlepas akan ditangkap oleh oksigen membentuk air sebagai hasil samping.

## 2.2.6 Jenis Bisphenol Lainnya

### 2.2.6.1 Bisphenol B

Bisphenol B atau 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)butane atau 4-[2-(4-hydroxyphenyl)butan-2-yl]phenol merupakan senyawa yang terdiri dari suatu gugus aromatik pada rantai utamanya dan gugus alifatik pada bagian percabangan. Bisphenol B memiliki bentuk yang mirip dengan bisphenol A. Perbedaannya terletak pada gugus etil sebagai rantai cabang. Gambar 2.23 memperlihatkan struktur kimia bisphenol B. Sifat fisik dan kimia bisphenol B dapat dilihat pada Tabel 2.3.



Gambar 2.23 Struktur molekul Bisphenol B  
(<http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov>)

Bisphenol B adalah kristalin atau tan granular yang tidak larut dalam air. Larut dalam aseton, benzena, eter, metanol, sedikit larut dalam karbon tetraklorida dan naftalena (HSDB). Bisphenol B merupakan senyawa toksisitas dimana racun bisphenol B dapat terjadi melalui kontak kulit dengan senyawa ini di tempat kerja produksi dan penggunaan. Kegunaan utama bisphenol B dalam dunia industri

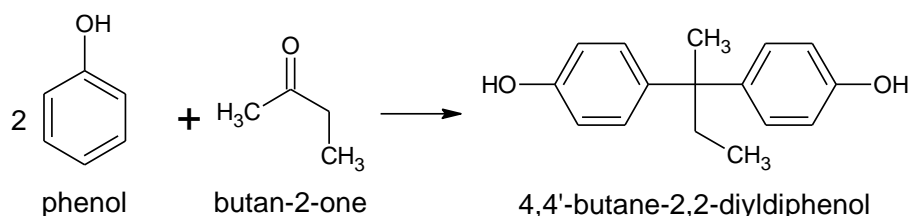
adalah sebagai bahan baku utama pembuatan resin fenolik (O'Neil, 2006). Bisphenol B dapat disintesis dari fenol dan etil metil keton.

Tabel 2.3 Sifat fisika dan kimia bisphenol B

Sifat	Nilai
CAS RN	77-40-7
Berat molekul	242.31292 g/mol
Rumus molekul	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>
<sup>x</sup> LogP3	3.9
Hydrogen bond donor count	2
Hydrogen bond acceptor count	2
Kompleksitas	226
Warna	Crystal or tan granules (O'Neil, 2006)
Titik leleh	120.5°C (Haynes, 2010)
Kelarutan	< 0.1 g/ 100 g water (O'Neil, 2006)
Tekanan uap	2.5 x 10 <sup>-7</sup> mmHg at 25°C (US EPA, 2012)
Konstanta disosiasi (pKa)	10.1 at 25°C (SPARC, 2012)

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

Junying, dkk (2012) telah mempublikasikan dan mengklaim penelitian mereka tentang metode baru pembuatan bisphenol B melalui patent. Prosedur sintesis bisphenol B yaitu: di bawah kondisi nitrogen, 94 g phenol, 0.63 g phosphotungstic acid, 0.38 g thioglycolat dicampur dan dipanaskan pada 70°C. Kemudian ditambahkan 21.6 g butanone setetes demi setetes. Waktu reaksi selama 9 jam. Setelah direaksikan, kemudian diukur, sejumlah hydrogen ditambahkan untuk menetralkan hidroksida pada reaksi. Produk (bisphenol B) kemudian didestilasi dengan air sebanyak 3 kali setelah direkristalisasi. Reaksi pembentukan bisphenol B dapat dilihat pada Gambar 2.24.



Gambar 2.24 Reaksi pembentukan bisphenol B

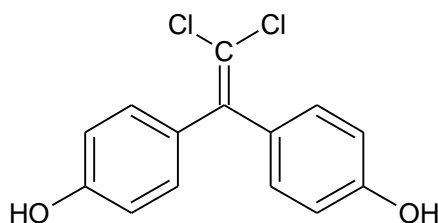
### 2.2.6.2 Bisphenol C

*1,1-dichloro-2,2-(4-hydroxyphenyl)ethylidene* atau biasa disebut bisphenol C merupakan senyawa aromatik yang menjadi salah satu polimer yang paling tahan api dengan kapasitas puncak panas terendah 20 J/g-k. Polimer yang mengandung bisphenol C semuanya memperlihatkan perilaku dekomposisi eksotermik (Stewart, 2000). Struktur kimia bisphenol C dapat dilihat pada Gambar 2.25. Jika dibandingkan dengan polimer yang mengandung bisphenol A, polimer yang mengandung bisphenol C mengandung hasil-hasil *char* yang lebih tinggi dan temperatur dekomposisi yang rendah. Adanya bisphenol C dalam suatu material baik sebagai co-monomer atau campuran menunjukkan efek peningkatan *char*, menghasilkan *char* yang lebih tinggi dari apa yang diharapkan pada efek murni aditif. Sifat fisik dan kimia bisphenol C dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Sifat fisika dan kimia bisphenol C

Sifat	Nilai
CAS No	14868-03-2
Molecular formula	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
Formula weight	281.13 g/mol
Melting point	213 – 217°C

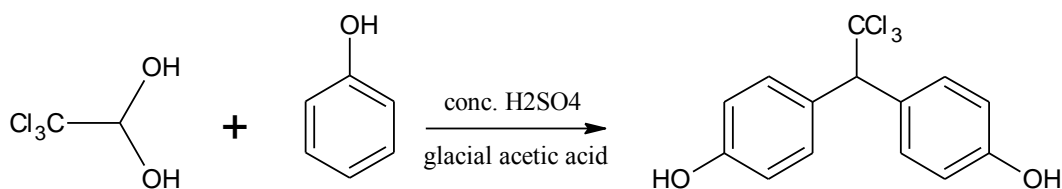
Sumber: <http://www.sigmaaldrich.com/>



Gambar 2.25 Struktur molekul Bisphenol C (Stewart, 2000)

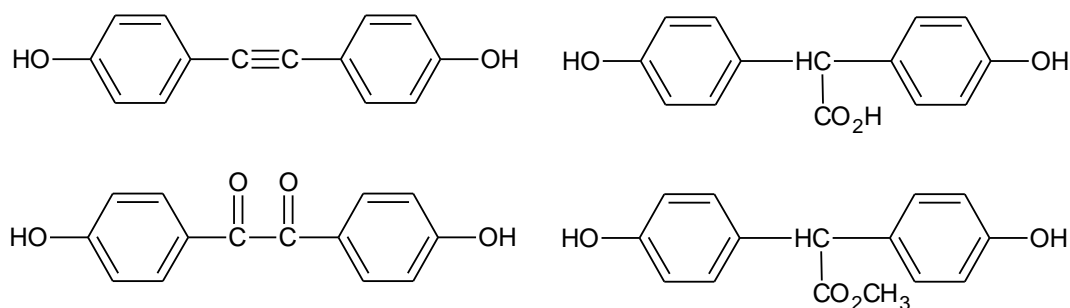
Sintesis bisphenol C dapat dilakukan dengan beberapa metode. Stewart (2000) mengemukakan bahwa salah satu metodenya adalah dengan menggunakan senyawa triklorida. Metode ini menggunakan campuran asam sulfat dan asam

asetat glasial dan produk dibiarkan mengendap dari campuran reaksi (Gambar 2.26). Produk mentah berwarna merah muda-ungu dan hasil yang diperoleh lebih besar dari 97%. Pemurnian lebih lanjut bisa diperoleh dengan rekristalisasi dari etanol/air untuk memberikan 75% *yield*. Triklorida digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut untuk mempersiapkan monomer bisphenol C. Triklorida direkristalisasi dua kali dari campuran air/etanol untuk memperoleh Kristal transparan sebelum digunakan sebagai monomer. Jika komponen triklorida terkena udara dalam jangka waktu tertentu, Kristal akan berwarna merah muda.



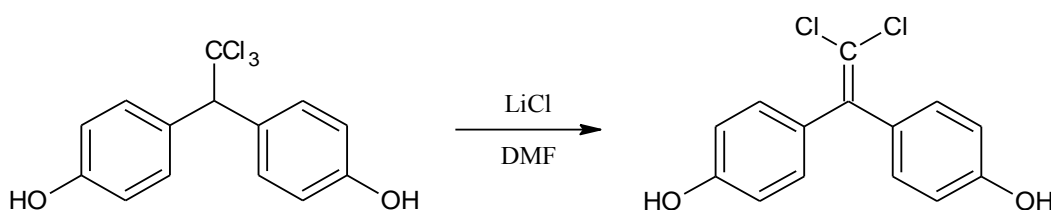
Gambar 2.26 Skematik reaksi pembentukan senyawa antara triklorida (Stewart, 2000)

Triklorida telah berhasil di-dehidrohalogenasi dengan beberapa metode termasuk methanol KOH, LiCl dalam dimetilformamida, ammonia, dan metilamina. Ketika methanol KOH telah menjadi metode yang banyak digunakan untuk dehidrohalogenasi, banyak produk dari proses tersebut, termasuk *4,4'-dihydroxybenzil*, *bis(4-hydroxyphenyl)acetylene* dan *2,2-bis(4-hydroxyphenyl)-acetic acid* dan metil esternya (Gambar 2.27).



Gambar 2.27 Impuritis yang diidentifikasi dari dehidrohalogenasi dari triklorida dengan menggunakan natrium hidroksida golongan alkohol

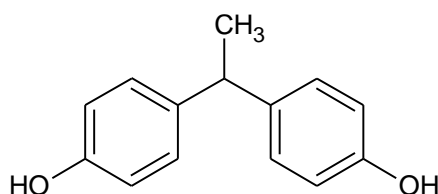
Lebih lanjut Stewart mengemukakan bahwa triklorida pada penelitiannya didehidrohalogenasi dengan cara dipanaskan pada refluks dengan menambahkan senyawa dimetilformamida dan litium klorida sebagai katalis (Gambar 2.28). Metode ini dilaporkan untuk memberikan banyak produk yang lebih murni. Produk bisphenol C diperoleh sebagai Kristal padat yang baik dimana hasilnya lebih dari 90% setelah pemurnian.



Gambar 2.28 Reaksi pembentukan bisphenol C (Stewart, 2000)

### 2.2.6.3 Bisphenol E

*1,1-bis(4-hydroxyphenyl)ethane* atau *4,4'-Ethylidenebisphenol* atau bisphenol E merupakan suatu senyawa turunan phenol dengan gugus metil pada salah satu atom karbon utama. Struktur kimia bisphenol E dapat dilihat pada Gambar 2.29. Sifat fisika dan kimia bisphenol E dapat dilihat pada Tabel 2.5.



Gambar 2.29 Struktur molekul Bisphenol E (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>)

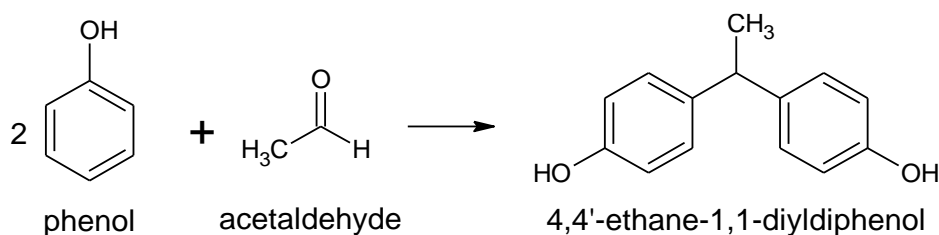
Bisphenol E dapat disintesis melalui reaksi antara phenol dan asetaldehida dengan perbandingan mol 2:1. Persamaan reaksi pembentukan bisphenol E dapat dilihat pada Gambar 2.30. Seperti pada bisphenol A, mekanisme reaksi pembentukan bisphenol E diawali dari adanya katalis yang menyerang dan memutuskan ikatan C=O. Pada senyawa fenol, ikatan C-H juga putus. C\*\* yang tidak stabil akan berikatan dengan C pada fenol yang telah kehilangan H. Adapun

hidrogen yang telah terlepas segera ditangkap oleh oksigen membentuk H<sub>2</sub>O yang merupakan hasil samping. Air dapat dihilangkan dengan cara rekristalisasi.

Tabel 2.5 Sifat Fisika dan Kimia Bisphenol E

Sifat	Nilai
PubChem CID	608116
CAS No	2081-08-5
Rumus Molekul	C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>
Berat molekul	214.25976 g/mol
XLogP3	3.9
Kompleksitas	179
Titik leleh	123-127°C

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>



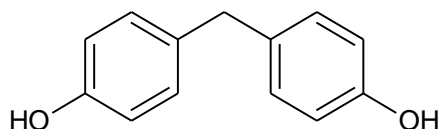
Gambar 2.30 Persamaan reaksi pembentukan bisphenol E  
(<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>)

#### 2.2.6.4 Bisphenol F

Bisphenol F adalah bahan kimia industri antara yang penting untuk persiapan pembuatan epoksida dan polikarbonat pada proses *molding*, *casting*, *coating*, *sealing*, *encapsulating*, *adhesive*, *laminating*, *reinforced plastics*, dan industri kimia lainnya (Jana, 2005). Bisphenol F atau *4,4'-Methylenediphenol* atau *Bis(4-hydroxyphenyl)methane* atau *4,4'-Dihydroxydiphenylmethane*, memiliki ikatan metilen yang fleksibel diantara grup phenylene (Lin dkk, 2015). Struktur kimia bisphenol F dapat dilihat pada Gambar 2.31. Secara umum bisphenol F memiliki struktur kimia yang mirip dengan bisphenol A. Namun, bisphenol F



tidak memiliki gugus metil. Adapun sifat fisik dan kimia bisphenol F secara umum dapat dilihat pada Tabel 2.6.



Gambar 2.31 Struktur molekul Bisphenol F (Lin dkk, 2015)

Tabel 2.6 Sifat fisika dan kimia Bisphenol F

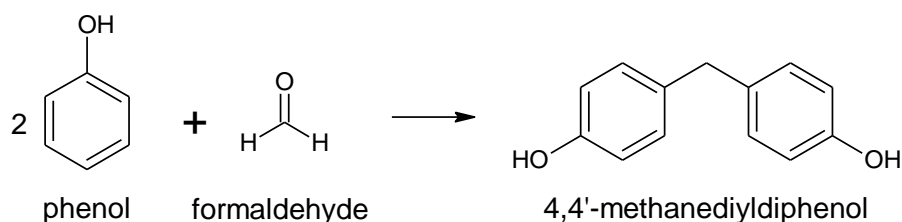
Sifat	Nilai
PubChem CID	12111
CAS number	620-92-8
Rumus molekul	C <sub>13</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>
Berat molekul	200.23318 g/mol
XLogP3	2.9
Kompleksitas	157
States of matter	Liquid
Titik leleh	162.5°C
Kelarutan	Soluble in: ethanol, ether, chloroform, alkali. Slightly soluble in: DMSO. Insoluble in carbon disulfide.
Tekanan uap	3.7 x 10 <sup>-7</sup> mmHg at 25°C

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

Bisphenol F adalah produk kondensasi dari 2 mol phenol dan 1 mol formaldehida. Selama proses sintesis, sejumlah kecil produk kondensasi berat molekul tinggi (terutama isomer trisphenol) juga terbentuk (Jana, 2003). Secara konvensional reaksi kondensasi untuk memproduksi bisphenol F dikatalisasi dengan larutan asam proton (HCl, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, atau asam anorganik lainnya) yang bersifat korosif, beracun, sekali pakai, sulit untuk dipisahkan, dimurnikan

dan dipulihkan (Ran Liu, 2015). Lebih lanjut Ran Liu mengungkapkan bahwa kemajuan terbaru dalam sintesis bisphenol F telah membawa golongan baru dari katalis heterogen yang lebih dikenal sebagai katalis padatan asam seperti Al-MCM-41, H-Beta Zeolite, *clay*, dan lain-lain.

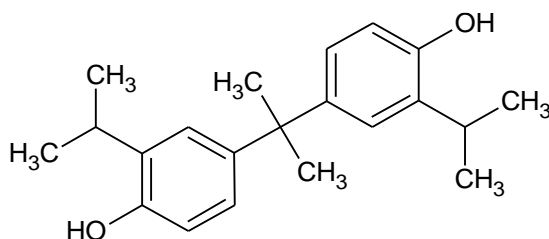
Jana (2003) telah berhasil mensintesis bisphenol F dari phenol dan formaldehida dengan adanya katalis *mesoporous aluminosilicate* MCM-41 yang disiapkan dari empat metode yang berbeda yaitu sol-gel, *hydrothermal*, *grafting*, dan *template-cation exchange* pada 90°C. Dari keempat metode yang berbeda semuanya memperlihatkan aktivitas proses sintesis bisphenol F yang tinggi. Reaksi pembentukan bisphenol F dapat dilihat pada Gambar 2.32.



Gambar 2.32 Reaksi pembentukan bisphenol F (Jana, 2003)

#### 2.2.6.5 Bisphenol G

Bisphenol G dengan nama IUPAC *2,2-Bis(4-hydroxy-3-isopropylphenyl)propan* atau *4,4'-(1-Methylethylidene)bis[2-(1-methylethyl)phenol]* merupakan senyawa kimia lebih kompleks daripada bisphenol A. Struktur kimia bisphenol G dapat dilihat pada Gambar 2.33. Sifat fisik dan kimia bisphenol G dapat dilihat pada Tabel 2.7.



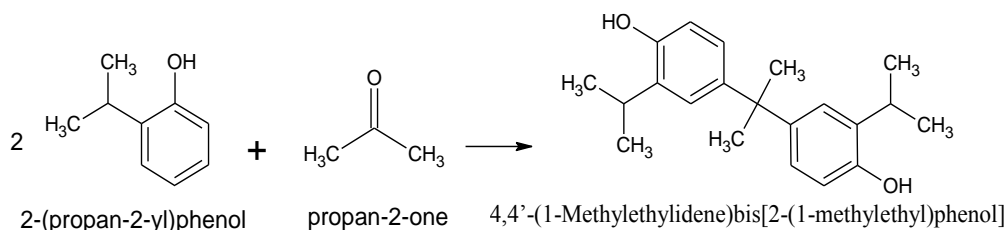
Gambar 2.33 Struktur molekul Bisphenol G (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>)

Tabel 2.7 Sifat fisika dan kimia Bisphenol G

Sifat	Nilai
PubChem CID	228537
CAS Number	127-54-8
Rumus molekul	C <sub>21</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>
Berat molekul	312.44582 g/mol
XLogP3	6.3
Kompleksitas	340

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

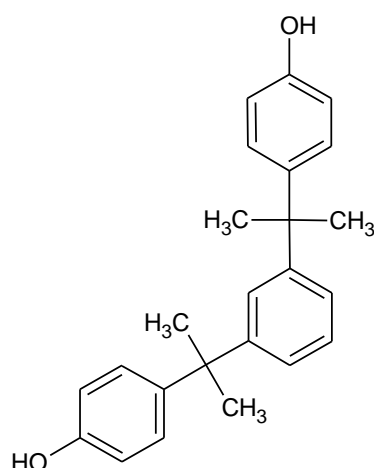
Bisphenol G dapat disintesis dengan cara mencampurkan antara 2-isopropylphenol dan aseton dengan adanya katalis. Reaksi pembentukan bisphenol G dapat dilihat pada Gambar 2.34.



Gambar 2.34 Persamaan reaksi pembentukan bisphenol G  
(<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>)

#### 2.2.6.6 Bisphenol M

*1,3-Bis[2-(4-hydroxyphenyl)-2-propyl]benzene* atau *4,4'-(1,3-Phenylene-diisopropylidene)bisphenol* atau yang lebih dikenal sebagai bisphenol M merupakan salah satu jenis bisphenol dengan tiga gugus aromatik. Bisphenol M dapat mengakibatkan reaksi alergi pada kulit dan beracun terhadap kehidupan akuatik dengan efek yang berlangsung lama. Struktur molekul bisphenol M dapat dilihat pada Gambar 2.35. Sifat fisik dan kimia bisphenol M dapat dilihat pada Tabel 2.8.



Gambar 2.35 Struktur molekul Bisphenol M (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>)

Tabel 2.8 Sifat fisika dan kimia bisphenol M

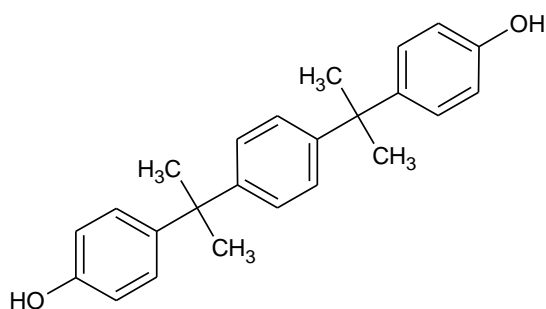
Sifat	Nilai
PubChem CID	3292100
Rumus molekul	C <sub>24</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>
Berat molekul	346.46204 g/mol
XLogP3	6.1
Kompleksitas	399
Titik leleh	138°C

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

Berdasarkan patent EP 0.945.420.B1, proses sintesis bisphenol M yaitu 500 ml reaktor leher tiga diisi dengan Amberlyst-15 (7.5 g), phenol (178.5 g) dan p-xylene (60 ml). Reaktor dan isinya dipanaskan sampai 80°C pada atmosfer nitrogen. Di bawah agitasi, campuran m-diisopropenylbenzene (m-DIPeb, 15 g) dan p-xylene (60 ml) diberi makan tambahan lebih dari tiga jam pada 80°C. setelah selesai makan, agitasi dilakukan pada 80°C selama 10 menit dan kemudian Amberlist-15 dihilangkan dengan cara filtrasi. Filtrate dianalisis dengan *liquid chromatography*. Bisphenol M (*yield* 93%) adalah produk yang dimaksud.

### 2.2.6.7 Bisphenol P

*4,4'-1(1,4-Phenylenediisopropylidene)bisphenol* atau bisphenol P (BPP) merupakan salah satu turunan bisphenol A yang beracun. Bisphenol P merupakan monomer yang digunakan untuk resin polikarbonat dan epoksi. Struktur kimia bisphenol P dapat dilihat pada Gambar 2.36. Sifat kimia dan fisika bisphenol P dapat dilihat pada Tabel 2.9.



Gambar 2.36 Struktur Molekul Bisphenol P (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>)

Tabel 2.9 Sifat fisika dan kimia bisphenol P

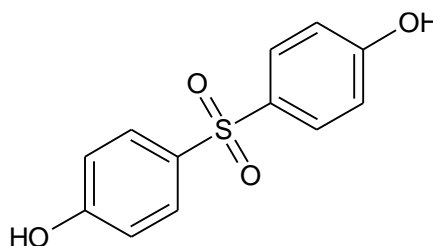
Sifat	Nilai
PubChem CID*	630355
CAS number*	2167-51-3
Rumus molekul*	C <sub>24</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>
Berat molekul*	346.46204 g/mol
XLogP3*	6.1
Kompleksitas*	389
Titik lebur**	193-195°C
Refraktifitas Molar***	106.32 cm <sup>3</sup>
Volume Molar***	312.8 cm <sup>3</sup>
Tegangan Permukaan***	43.2 dyne/cm
Densitas***	1.107 g/cm <sup>3</sup>
Titik Flash***	230.1°C
Entalpi penguapan***	81.63 kJ/mol
Titik didih***	514.8°C at 760 mmHg

Sumber: \*pubChem, \*\*Sigma-Aldrich, \*\*\*LookChem

#### 2.2.6.8 Bisphenol S

*Bis(4-hydroxyphenyl)sulfone* atau *4,4'-Sulfonyldiphenyl* yang lebih dikenal dengan nama bisphenol S. Bisphenol S telah menjadi pengganti bisphenol A yang dapat diterima dan biasa digunakan sebagai agen *plasticizing* dalam berbagai produk konsumen umum, terutama untuk kertas dan produk kertas (Wang dkk, 2014). Liao (2012) berdasarkan penelitiannya mengungkapkan bahwa bisphenol S ditemukan di 16 jenis kertas dan produk kertas termasuk kwitansi, selebaran, majalah, Koran, kertas kontak makanan, tas bagasi pesawat, dapur gulungan, kertas toilet, dan lain-lain. Struktur molekul bisphenol S dapat dilihat pada Gambar 2.37.

Bisphenol S bukanlah material yang aman yang memiliki toksisitas yang sama dengan bisphenol A. Bisphenol S juga merupakan molekul disruptor endokrin yang sama seperti bisphenol A. Karena bisphenol S lebih tahan panas dan cahaya dibandingkan bisphenol A, bisphenol S sulit terdegradasi dalam air laut dan tetap menjadi polutan beracun yang terus-menerus dibandingkan dengan bisphenol A. Sifat kimia dan fisik bisphenol S dapat dilihat pada Tabel 2.10.



Gambar 2.37 Struktur molekul Bisphenol S (Liao, 2012)

Gambar 2.37 menunjukkan strukturr molekul dari bisphenol S. Dari Gambar 2.37 tersebut dapat kita lihat bahwa belerang merupakan atom pusat yang mengikat fenol dan oksigen. Dari gambar dapat disimpulkan oleh peneliti bahwa bisphenol S terbentuk dari reaksi antara fenol dan suatu senyawa sulfonasi ( $\text{SO}_x$ ) Produksi bisphenol S secara komersial telah dilakukan sejak 1986 dengan jumlah produksi lebih dari 1 juta pound/tahun. Sintesis bisphenol S dapat dilakukan dengan cara mereaksikan antara phenol dan sulfur trioksida.

Tabel 2.10 Sifat fisika dan kimia bisphenol S

Sifat	Nilai
PubChem CID	6626
CAS number	80-09-1
Rumus molekul	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> S
Berat molekul	250.2704 g/mol
XlogP3	1.9
Kompleksitas	302
States of matter	Drypowder
Warna	White, crystalline powder
Titik leleh	240.5°C
Kelarutan	Soluble in ethanol, ether. Slightly soluble in benzene, DMSO, insoluble in water
Densitas	1.3663 g/cu at 15°C
Tekanan uap	4.7 x 10 <sup>-10</sup> mm Hg at 25°C

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

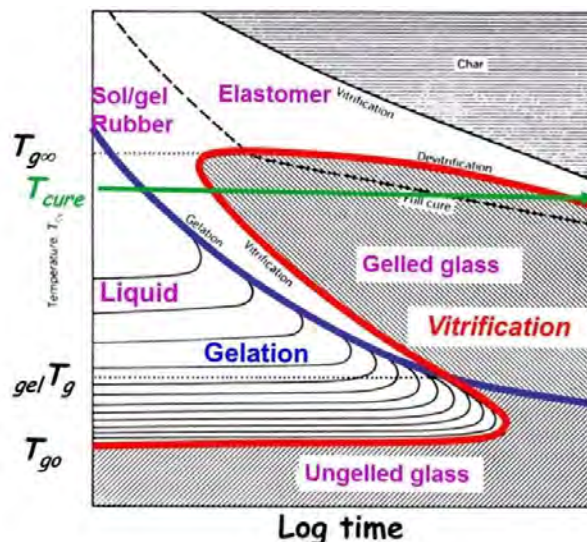
### 2.2.7 Diagram *Curing* TTT pada Polimer Termoset

Transformasi dari polimer *liquid* berat molekul rendah ke polimer bentuk padatan amorfus dengan berat molekul tinggi melalui reaksi kimia merupakan proses yang fundamental yang digunakan dalam *coatings*, *adhesives*, dan industri termoset. sebagai hasil dari reaksi kimia, berat molekul dan temperatur transisi glass ( $T_g$ ) meningkat, dan jika reaksi secara isothermal dilakukan di bawah temperatur transisi glass dari sistem yang sepenuhnya bereaksi ( $T_{g\infty}$ ), polimer  $T_g$  pada akhirnya akan mencapai temperatur reaksi ( $T_{cure}$ ). Selama reaksi isothermal di bawah  $T_g$ , dua fenomena penting dalam pengolahan termosetting dapat terjadi: gelatin dan vitrifikasi (Aronhime dan Gillham, 1986).

Timbulnya gelatin didefinisikan sebagai saat ketika suatu molekul dengan berat molekul tak terbatas terbentuk namun memiliki jumlah berat molekul rata-rata yang kecil. Pada gelatin, viskositas gel meningkat secara drastis dan menjadi tak terbatas dan gel tidak dapat mengalir. Sebelumnya pada awal gelatin, sistem

larut dan menyebar, namun setelah gelatin muncul material yang larut (fraksi sol) maupun yang tidak larut (fraksi gel). Vitrifikasi secara sederhana terjadi pada titik ketika temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) dari *network* termoset sama dengan temperatur *curing*. Vitrifikasi adalah proses dimana polimer masuk ke dalam fase gelas dari keadaan cair atau *rubber*. Tidak seperti gelatin, vitrifikasi dapat dihindari dengan menaikkan temperatur *curing* dari epoksi.

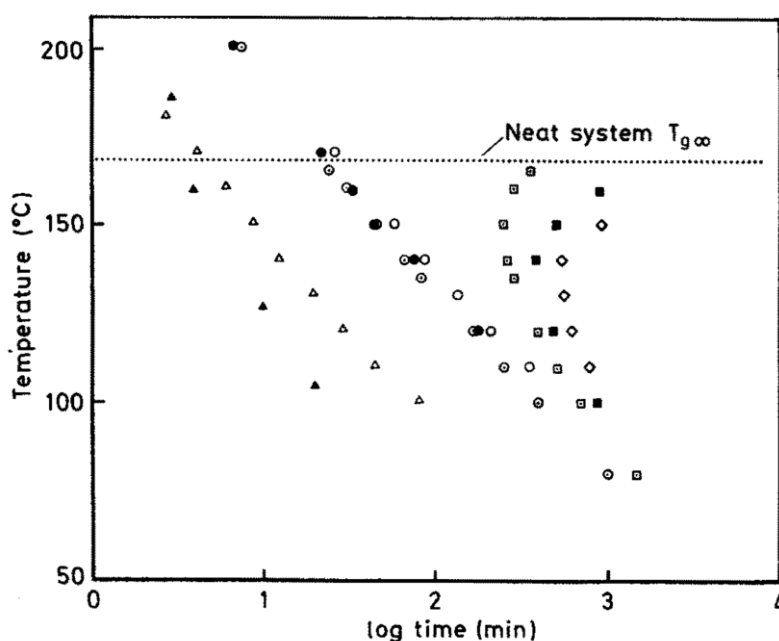
Diagram *curing* TTT isothermal yang dikembangkan oleh Gillham berguna untuk mengidentifikasi timbulnya gelatin dan vitrifikasi. Plot diagram TTT temperatur *curing* polimer terhadap waktu *curing*. Diagram tersebut memungkinkan untuk mengidentifikasi peristiwa seperti kurva viskositas konstan atau konversi dan rentang temperatur dimana polimer sebenarnya dapat berupa gel atau vitrifikasi. Beberapa nilai signifikan pada diagram curing TTT mencakup temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) resin, temperatur transisi gelas gel ( $_{gel}T_g$ ), yang merupakan temperatur dimana gelatin dan vitrifikasi terjadi secara bersamaan, dan temperatur transisi gelas dari keseluruhan polimer yang telah *curing* ( $T_{g\infty}$ ). Informasi yang diberikan pada diagram TTT sangat berguna dalam merancang temperatur curing dan waktu yang diinginkan. Diagram TTT dapat dilihat pada Gambar 2.38.



Gambar 2.38 Diagram TTT untuk tipe epoksi (Gillham, 1983)



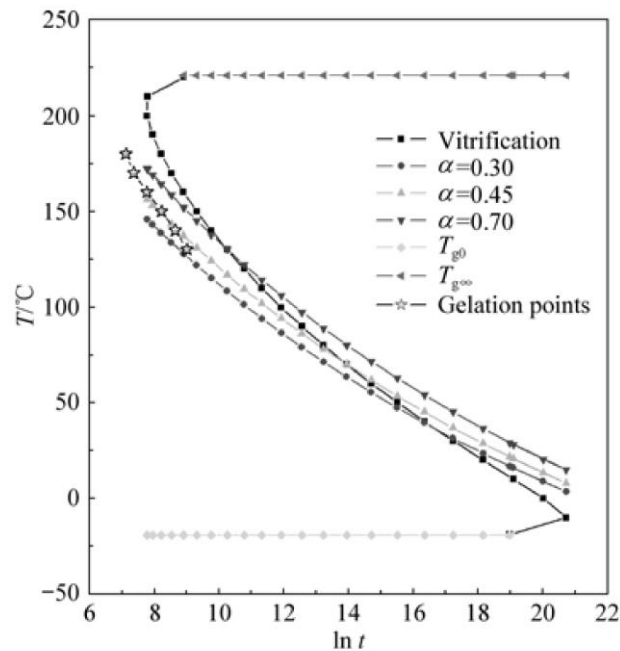
Gel tidak larut, dan menggelembung dengan adanya pelarut. Vitrifikasi dikenal memiliki efek besar pada tingkat polimerisasi pada polimer termoset. Laju difusi dari monomer dan rantai ujung yang reaktif berkurang dengan meningkatnya konversi. Pada saat yang sama laju difusi akan menjadi faktor pembatas dalam laju reaksi dan reaksi akan terkontrol secara difusi.



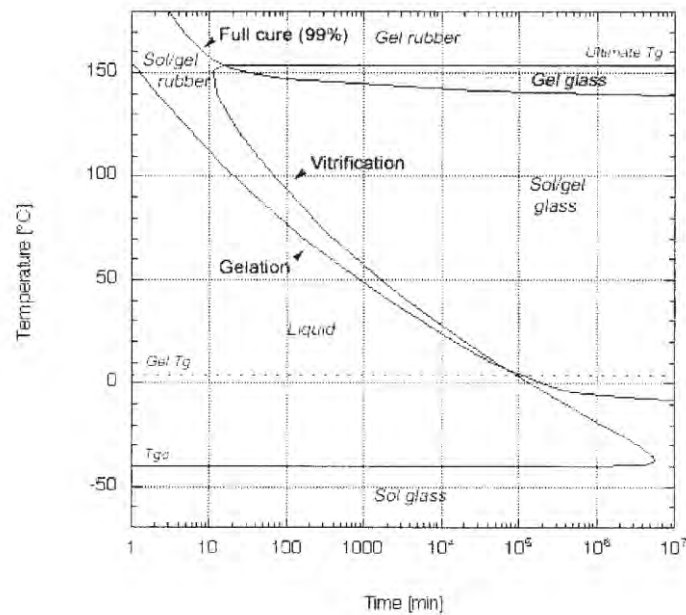
Gambar 2.39 TTT *cure diagram*: temperatur *curing* vs. waktu fase pemisahan, *gelation* dan *vitrification* untuk sistem murni epoksi dan dua *rubber-modified*. ○, *gelation*; □, *vitrification*; dimodifikasi 15wt% *rubber* terhadap epoksi (Aronhime dan Gillham, 1986)

Untuk memperhitungkan efek vitrifikasi pada proses polimerisasi, perlu menentukan ketergantungan temperatur transisi gelas pada waktu reaksi dan konversi. Prediksi titik gel selama proses kuring *network* termoset adalah sebuah persoalan. Banyak teori bertujuan untuk menentukan konversi kritis dimana gelasi terjadi (Li, 1998). Hubungan diantara *cure*, struktur dan sifat juga dapat dipahami dengan mempelajari diagram TTT. Diagram TTT dapat diperluas dengan memasukkan fase pemisahan (dalam hal ini *rubber-modified epoxy*), viskositas, dan *thermal degradation*. Aronhime dan Gillham (1986) juga telah meneliti dan membuat diagram TTT untuk sistem epoksi yang telah ditambahkan *rubber*

membentuk face kedua. Diagram TTT yang dikemukakan oleh Aronhime dapat dilihat pada Gambar 2.39.



Gambar 2.40 Diagram TTT pada resin epoksi (Ming dkk, 2008)



Gambar 2.41 Skematik TTT-cure diagram dari anhydride-cured epoxy system (Teil dkk, 2004)

Ming dkk (2008) juga telah melakukan penelitian tentang isothermal sistem termoset epoksi murni dan menetapkan waktu *curing* sempurna yang dapat dilihat pada Gambar 2.40. Selain menggunakan *rubber* sebagai *modifier* epoksi, peneliti juga menggunakan senyawa *anhydride* sebagai *curing agent* bersama dengan poliaminoamida. Penetapan temperatur *curing* didasarkan pada diagram TTT untuk termoset epoksi-anhidrida yang dikemukakan oleh Teil (2004). Diagram TTT epoksi-anhidrida dapat dilihat pada Gambar 2.41.

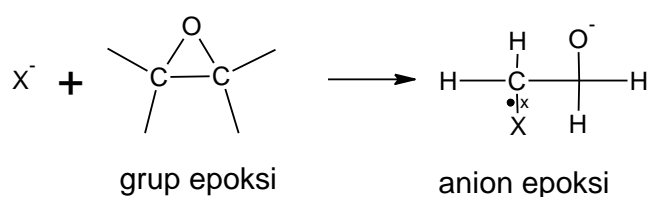
### 2.3 Curing Agent

Resin epoksi mampu bereaksi dengan panas, berbagai *curing agent* atau dengan diri sendiri (melalui katalis) untuk membentuk padatan, material berikatan silang dengan kekuatan yang cukup besar dan *adhesive*. Jenis *curing agents* yang biasanya digunakan yaitu jenis poliamina: ethylenediamine (EDA), diethyltriamine (DETA), triethyltetramine (TETA), butanediamine (BD), TEPA, polyethylene polyamine, aminoethylpiperazine, amine adisi (DETA modifikasi dengan epoksi cair), poly[(3-aminopropyl) methylsiloxane], amine blend (DETA modifikasi dengan bisphenol A), phenolic, *N*-aminoethylpiperazine, isophoronediamine (IPDA), metaphenylene diamine (MPDA), *p,p'*-diaminodiphenyl ether (DDE), 4,4'-diamino diphenyl sulfone (DDS), 4,4'-diaminodiphenyl methane (DDM), diethyltoluene diamine, isophorondiamine, aromatik amina eutectic, dan aromatik amina. Jenis polyetheramine: alkyletheramine, polyoxypropylene. Jenis anhydride: nadic methyl anhydride, hexahydrophthalic anhydride, trimellitic anhydride, dodecenyl succinic anhydride, pyromellitic, nadic methyl, dodecenylsuccinic, chlorendic, phthalic anhydride, methyltetrahydrophthalic anhydride dan benzophenonetetracarboxylic dianhydride. Jenis katalis; tri (*s*-dimethylaminoethyl) phenol, dimethylaminomethyl phenol, benzyldimethyl-amine, tertiary amine salt, dan tertiary amine. Jenis lainnya: mercaptan, 2-ethyl-4-methyl imidazole. Transformasi ini umumnya sering disebut sebagai *curing* atau *hardening*. Kemampuan untuk ditransformasi dari cairan viskositas rendah (atau daerah termoplastik) menjadi tangguh, termoset yang keras adalah sifat yang paling berharga dari resin epoksi.

Transformasi atau konversi ini dilakukan dengan penambahan senyawa kimia aktif yang dikenal sebagai *curing agent* atau katalis. Tergantung pada rincian tertentu dari formulasi epoksi, *curing* dapat terjadi pada suhu kamar, dengan aplikasi panas eksternal, atau dengan penerapan sumber energi eksternal selain panas seperti energi ultraviolet (uv) atau berkas elektron.

### 2.3.1 Mekanisme *Curing*

Secara umum terdapat dua cara utama mekanisme reaksi *curing agent* pada epoksi yaitu berdasarkan reaksi poliadisi dan reaksi homopolimerisasi. Baik reaksi poliadisi maupun homopolimerisasi dapat meningkatkan berat molekul dan pembentukan ikatan silang. Kedua jenis reaksi terjadi dengan pembentukan produk. Reaksi *curing* bersifat eksotermik, dan laju reaksi meningkat dengan peningkatan temperatur. Karena resin epoksi *cure* terutama oleh mekanisme pembukaan cincin, menunjukkan derajat penyusutan *cure* lebih kecil daripada resin thermoset lainnya. Dalam proses reaksi tersebut, kelompok epoksi dapat bereaksi dalam satu atau dua cara yang berbeda: anion dan kation. Keduanya penting dalam kimia resin epoksi. Dalam mekanisme anionik, kelompok epoksi dapat dibuka di berbagai mode untuk menghasilkan anion, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.42.



Gambar 2.42 Reaksi anion

Anion adalah spesies aktif yang mampu bereaksi lebih lanjut. Dalam mekanisme kationik, kelompok epoksi dapat di buka oleh hidrogen aktif untuk menghasilkan ikatan kimia baru dan kelompok hidroksil. Reaksi ini dapat dilanjutkan dalam sejumlah cara yang berbeda. Tergantung pada *curing agent* dan resin epoksi, *curing* dapat berlangsung pada temperatur kamar maupun temperatur

yang lebih tinggi. *Curing* temperatur ruang umumnya tidak dapat mencapai kinerja yang sama seperti yang didapatkan dengan *curing* epoksi adhesif pada temperatur tinggi. Namun, kuring temperatur ruang memungkinkan kekuatan yang cukup dan untuk banyak aplikasi.

Reaksi homopolimerisasi umumnya memerlukan *curing* pada temperatur tinggi. Namun sebagian besar *curing agent* atau katalis akan bereaksi, setidaknya sebagian, dengan resin pada temperatur kamar jika diberikan waktu yang cukup lama. Jadi, sekali *curing agent* atau katalis dicampur dengan resin, kehidupan pot yang terbatas atau masa kerja direalisasikan. Masa kerja dari perekat tertentu dapat sangat mempengaruhi waktu yang dibutuhkan untuk campuran, pengaplikasian, dan *curing* bahan perekat.

Panas yang dihasilkan oleh reaksi eksotermik dapat menyebabkan kenaikan yang cukup besar dalam temperatur sistem. Tingkat temperatur yang sebenarnya tercapai tergantung pada reaktivitas sistem dan tingkat dimana panas dapat ditransfer ke lingkungan. Karena formulasi epoksi umumnya adalah isothermal yang baik, eksotermik akan bergantung pada massa sistem. Laju yang tinggi dari eksotermik diperlukan dengan beberapa sistem epoksi perekat untuk mencapai laju *curing* praktis. Namun, temperatur eksotermis yang terlalu tinggi dapat mengakibatkan pembentukan gelembung, degradasi termal, dan bahkan situasi yang berpotensi berbahaya. Pengendalian eksotermik merupakan faktor yang sangat penting dalam merumuskan perekat epoksi.

### 2.3.2 Reaksi Poliadiisi

Ketika *curing* didasarkan pada reaksi molekul reaksi dan jenis lain dari molekul reaktif dengan atau tanpa bantuan katalis, reaksi tersebut adalah reaksi adisi. Struktur yang *cure* adalah heteropolimer yang pada dasarnya terdiri dari molekul resin epoksi yang dihubungkan bersama melalui lokasi reaktif dari molekul *curing agent*. *Curing agent* dapat dianggap sebagai kemonomer dalam reaksi polimerisasi.

Senyawa yang bereaksi dengan resin epoksi dan benar-benar merupakan bagian dari jaringan epoksi akhir umumnya dikenal sebagai *curing agent* atau

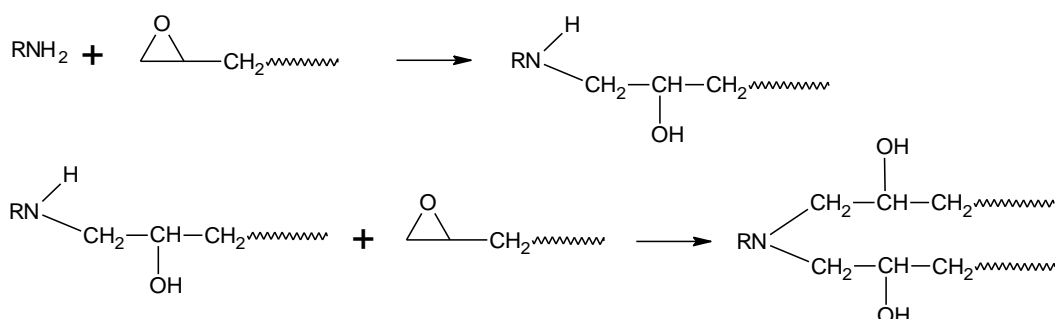
*hardener*. *Curing agent* biasanya merupakan *coreactant* polifungsional, sehingga jumlah stoikiometri perlu dipertimbangkan ketika seseorang mengembangkan formulasi. *Curing agent* membuat bagian yang signifikan (beberapa persen sampai lebih dari 50 persen berat) dari formulasi epoksi.

Kebebasan yang signifikan dalam rasio campuran dapat diberikan dengan sebagian besar *curing agent* karena mereka terkunci dalam struktur polimer setelah *curing*. Akibatnya, jenis dan konsentrasi *curing agent* memiliki dampak yang signifikan pada kedua *curing* kimia dan sifat akhir dari resin yang *cured*. *Curing agent* memiliki molekul yang fleksibel antara kelompok yang reaktif yang akan memberikan ketangguhan, *cured adhesive* fleksibel.

Reaksi poliadisi merupakan jenis reaksi yang paling umum digunakan untuk *curing* resin epoksi. *Curing agent* yang digunakan dalam jenis reaksi ini memiliki senyawa hidrogen aktif, dan dalam hal ini termasuk amina, amida dan merkaptan. Dengan mekanisme reaksi ini, *curing agent* yang paling penting untuk adhesive adalah amina primer dan sekunder yang mengandung setidaknya tiga atom hidrogen dan berbagai di- atau polifungsional asam karboksilat dan anhidrida. Reaksi poliadisi yang umum dari senyawa hidrogen aktif dan molekul epoksi diwakili dalam Gambar 2.43. Gugus hidroksil, terutama hidroksil fenolik, dan amina tersier mengkatalis reaksi ini. Jumlah dan sifat dasar kelompok substituen pada molekul epoksi dan *curing agent* juga memainkan peran utama dalam laju reaksi. Dengan demikian, *curing agent* berat molekul rendah dan resin lebih reaktif dan menghasilkan struktur ikatan silang yang lebih padat daripada *curing agent* berat molekul tinggi. Inilah sebabnya mengapa resin DGEBA berat molekul rendah akan jauh lebih mudah bereaksi pada suhu kamar daripada resin epoksi novolak.

Eksotermis disebabkan oleh reaktif, resin dan *curing agent* berat molekul rendah umumnya jauh lebih keras daripada dengan sistem berat molekul tinggi. Meskipun eksotermis dapat mengakibatkan reaksi yang lebih cepat, bisa juga mengakibatkan masa kerja *objectionably* pendek dan bahkan situasi akan berbahaya jika temperatur eksotermis naik di atas titik nyala resin. Dengan demikian, perumus akan sering menggunakan rintangan ruang sebagai alat untuk

mengendalikan eksotermik untuk menyediakan sistem yang akan *curing* dengan mudah pada suhu tinggi tapi akan bereaksi lambat pada suhu kamar.

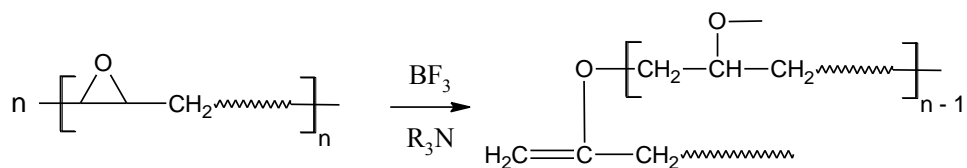


Gambar 2.43 Skematik Reaksi poliadisi dari resin epoksi dengan senyawa hydrogen aktif (Li dkk, 2012)

### 2.3.3 Reaksi Homopolimerisasi

Ketika proses *curing* didasarkan pada reaksi antara molekul epoksi reaktif saja, reaksi tersebut dinamakan reaksi homopolimerisasi (Gambar 2.44). Struktur yang di-*curing* pada dasarnya terdiri hanya dari molekul epoksi asli yang dihubungkan bersama melalui tempat reaktif mereka sendiri. Senyawa reaktif yang memulai reaksi homopolimerisasi umumnya dikenal sebagai katalis. (catatan: kadang kala digunakan istilah *hardener* sebagai pengganti katalis).

Katalis tidak membuat bagian dari struktur jaringan epoksi akhir atau memiliki pengaruh yang signifikan terhadap sifat akhir dari resin yang di-*curing*. Dengan demikian, sifat *curing* akhir dari sistem epoksi terutama karena sifat dari resin epoksi saja. Homopolimerisasi biasanya tidak hanya menyediakan panas yang lebih baik dan ketahanan lingkungan daripada reaksi poliadisi, namun juga menyediakan sistem *curing* yang lebih kaku, sehingga agen ketangguhan atau *flexibilizers* harus sering digunakan. Dalam sistem adhesif, reaksi homopolimerisasi umumnya digunakan untuk *curing* yang panas, formulasi satu komponen.



Gambar 2.44 Reaksi Homopolimerisasi resin epoksi

*Curing agent* katalitik yang umum digunakan termasuk amina tersier, asam dan basa lewis dan disiandiamida. Karena fungsi mereka benar-benar katalitik, katalis ditambahkan pada konsentrasi yang relatif rendah (0 – 5% berat) untuk formulasi epoksi. Homopolimerisasi umumnya membutuhkan kehadiran katalis dan temperatur yang tinggi agar reaksi dapat diproses. Seperti reaksi poliadisi, reaksi homopolimerisasi dipercepat dengan gugus hidroksil atau amina tersier.

Reaksi antara resin dan *curing agent* atau antara resin dan katalis umumnya jauh lebih kompleks daripada reaksi yang ditunjukkan di atas. Sejumlah reaksi samping dapat terjadi, dan reaksi ini dapat terjadi pada tingkat yang berbeda dan urutan reaksi tergantung pada jenis bahan yang digunakan dan kondisi *curing*. Oleh karena itu, kimia yang berbeda secara signifikan bisa dicapai dengan sistem *curing* epoksi di dua tahap temperatur yang progresif daripada *curing* hanya pada satu tahap. Perbedaan-perbedaan ini dalam kimia, tentu saja, terlihat dalam sifat akhir yang disediakan oleh struktur epoxy yang *curing*.

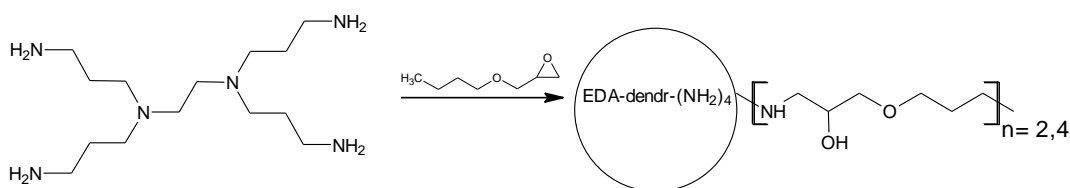
## 2.4 Golongan Amina Sebagai *Curing Agent* pembentukan *Crosslinked Resin Epoksi*

Di pasaran Indonesia, *curing agent* yang sering digunakan dan dijual bersama dengan epoksi adalah *curing agent* poliaminoamida. Poliaminoamida merupakan *curing agent* epoksi yang memiliki sifat adhesif yang tinggi terhadap material serta memiliki sifat fleksibilitas yang tinggi. Poliaminoamida merupakan suatu jenis *curing agent* dengan rantai molekul yang panjang dan berulang. Rantai molekul panjang menyebabkan sifat fleksibel dan kekuatan tarik yang tinggi.



Telah dilakukan penelitian khusus tentang sintesis poliaminoamida yang berfungsi sebagai *curing agent*.

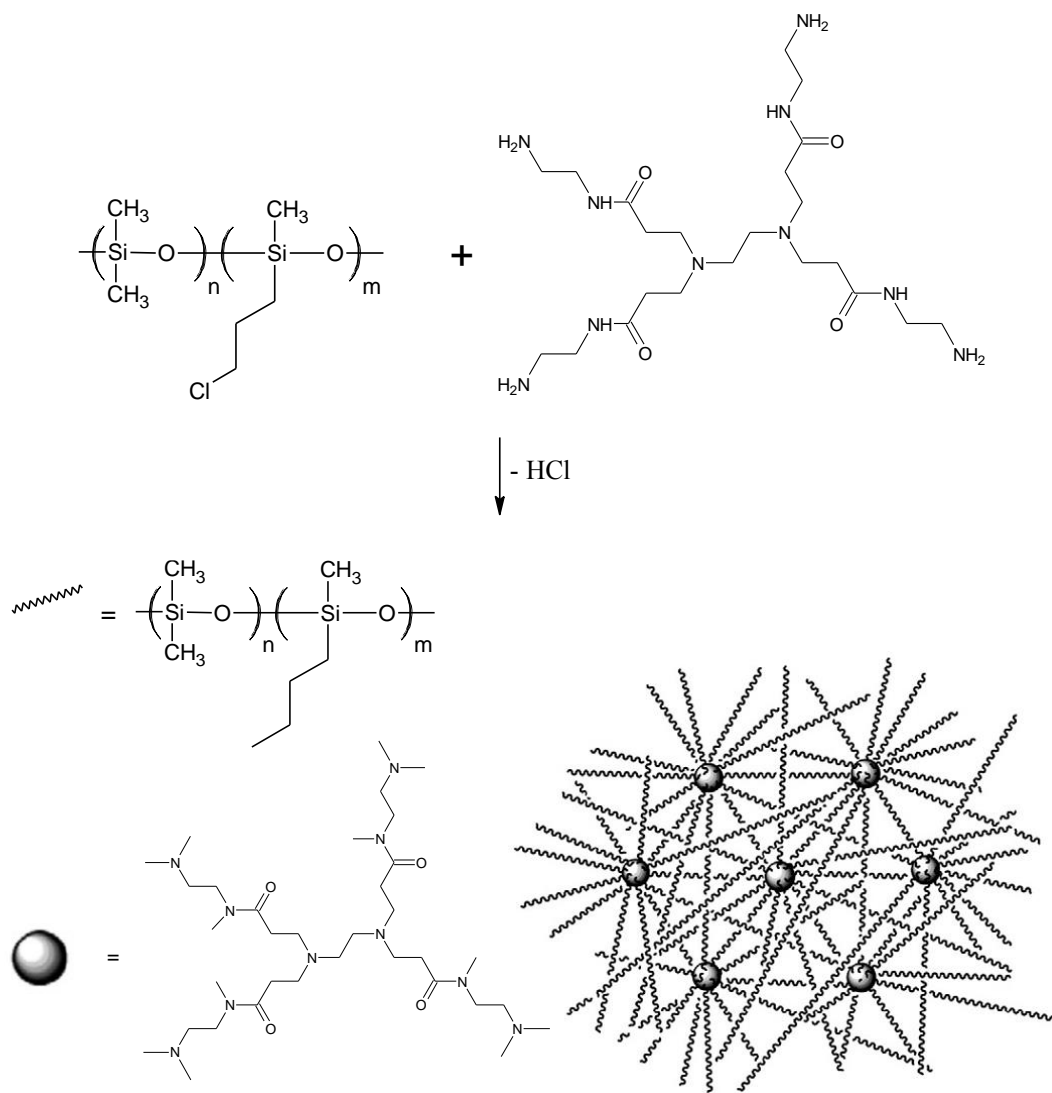
Wan dkk (2011) telah berhasil mensintesis butyl-glycidylether-modified poly(propyleneimine) dendrimers (PPIs) yang diperoleh dari reaksi antara butyl glycidylether dengan PPI. Reaksi sintesis yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 2.45 berikut ini.



Gambar 2.45 Skematik reaksi *butyl glycidylether* dengan *poly(propyleneimine) dendrimer* (PPI) (Wan dkk, 2011)

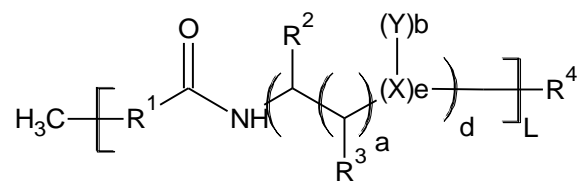
Kelebihan dari penggunaan PPIs sebagai *curing agent* adalah stabilitas termal yang sangat baik (temperatur dekomposisi  $\geq 300^{\circ}\text{C}$ ) karena konsisten hanya mengandung ikatan C-C dan C-N, menurunkan viskositas, meningkatkan densitas *amine*-hidrogen aktif.

Dong dkk (2015) juga menggunakan *curing agent* berbasis amina dendrimer. Dong menggunakan *polyamidoamine dendrimers* (PAMAM) sebagai *cross-linker* MCSR (*methyl chloropropyl silicone rubber*). Sifat mekanik yang diperoleh meningkat baik *hardness*, kekuatan tarik maupun *elongation at break*. Gambar 2.46 menunjukkan mekanisme *cross-linking* dari MCSR dan PAMAM dendrimer.



Gambar 2.46 Skematik mekanisme *cross-linking* dari MCSR dengan PAMAM dendrimer sebagai *cross-linker* (Dong dkk, 2015)

Saylik, dkk (2010) juga telah menemukan dan mempatenkan suatu jenis poliaminoamida. Gambar 2.47 menunjukkan struktur poliaminoamida yang berhasil disintesis.



Gambar 2.47 Salah satu struktur dari resin poliaminoamida yang mungkin dan turunannya (Saylik, 2010)

Dimana:  $R^1$  adalah poli-fungsional dimer fatty acid dari  $C_2$  sampai  $C_{60}$  fatty acid.  $R^2$  dan  $R^3$  adalah hidrogen atau grup metil atau kombinasi antara keduanya.  $R^4$  adalah hidrogen, metil, grup alkil atau aril. X dapat berupa oksigen atau nitrogen. Y dapat berupa hidrogen atau gugus etilen oksida atau gugus propilen oksida, gugus butilen oksida atau kombinasi antara ketiganya. a adalah *integer* dari 1 sampai 11, b adalah *integer* dari 0 sampai 30, d adalah *integer* dari 1 sampai 30, e adalah *integer* dari 0 sampai 1, dan L adalah *integer* dari 1 sampai 50.

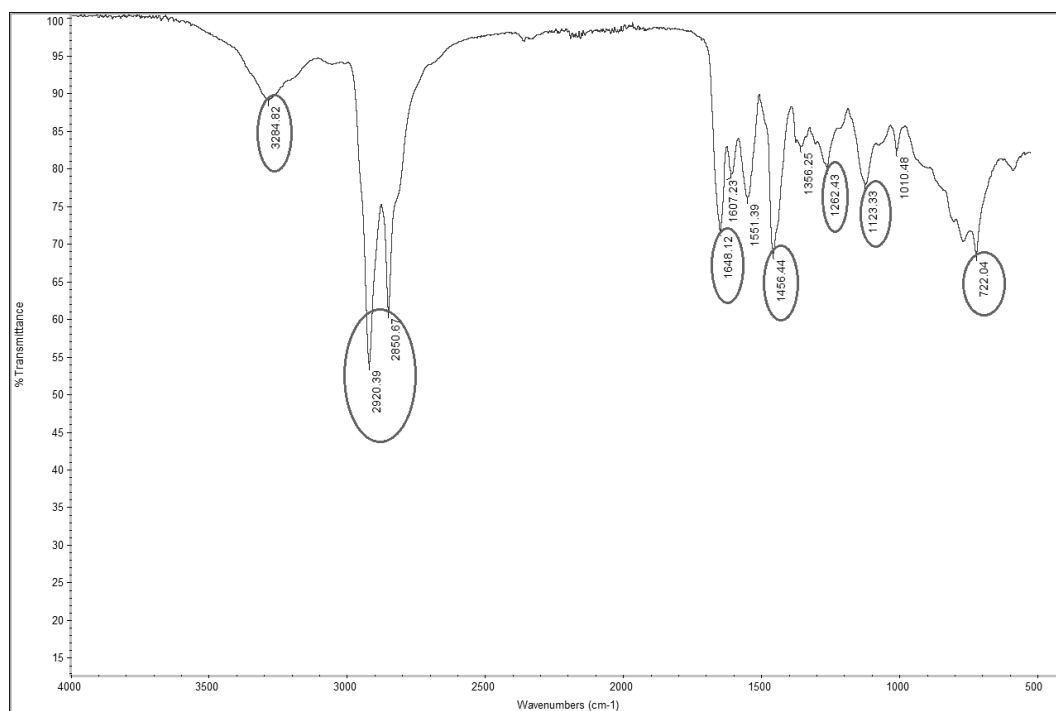
Pada penelitian ini golongan amina yang digunakan sebagai *curing agent* yaitu poliaminoamida komersial Eposchon<sup>(R)</sup> buatan Jerman yang dimodifikasi dengan senyawa lain, tert-amine seperti triethylamine, garam ammonium karboksilat seperti ammonium adipat, dan aromatik amine seperti aniline yang dimodifikasi.

#### 2.4.a Poliaminoamida modifikasi *phthalic anhydride*

*Polyaminoamide* Eposchon<sup>(R)</sup> merupakan suatu jenis resin yang memiliki kedua gugus baik amina maupun amida. Kedua gugus ini mengandung ikatan N-H yang sangat reaktif terhadap cincin epoksida pada resin epoksi. Selain mengandung gugus amina dan amida secara bersamaan, poliaminoamida komersial merupakan suatu oligomer yang memiliki rantai panjang. Oleh sebab itu, kekuatan tarik epoksi resin dengan poliaminoamida sebagai *curing agent* sangat tinggi dibandingkan dengan polimer *engineering* lainnya. Namun, epoksi yang telah *curing* memiliki sifat yang *brittle*. Oleh sebab itu, perlu adanya modifikasi untuk meningkatkan fleksibilitas dari epoksi.

Pada umumnya, poliaminoamida yang dijual secara komersial tidak ditentukan struktur senyawanya. Oleh sebab itu, sebelum melakukan modifikasi, hal yang harus diketahui pertama adalah menetapkan struktur kimia yang sesuai dengan poliaminoamida. Pengujian untuk menentukan struktur kimia secara umum dinamakan elusidasi struktur. Pada elusidasi struktur, digunakan instrumentasi seperti Spektroskopi IR, Spektroskopi UV-Vis, Spektroskopi Massa, dan NMR. Sebagai penelitian pendahuluan, peneliti telah melakukan

pengujian FT-IR untuk melihat gugus fungsi dan jenis ikatan poliaminoamida untuk melakukan pendekatan secara kualitatif terhadap struktur kimia dan disesuaikan dengan poliaminoamida yang telah berhasil disintesis oleh peneliti sebelumnya. Gambar 2.49 menunjukkan frekuensi dari setiap ikatan kovalen.

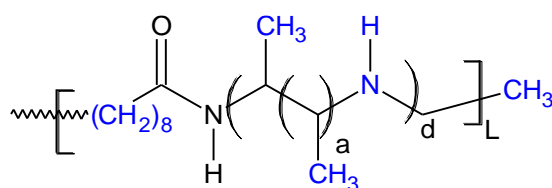


Gambar 2.48 Spektrum IR dari Poliaminoamida

Gambar 2.48 menunjukkan *peak* dari setiap ikatan. Pita serapan di 3284,82 cm<sup>-1</sup> menunjukkan regangan R<sub>2</sub>N-H (amina sekunder). *Peak* pada 2920,39 dan 2850,67 cm<sup>-1</sup> menunjukkan regangan C-H dari CH<sub>2</sub> dan CH alifatik. *Peak* 1648,12 cm<sup>-1</sup> menunjukkan regangan C=O dari ikatan amida. *Peak* pada 1456,44 cm<sup>-1</sup> menunjukkan lekukan C-N (amida CH<sub>3</sub>NHCO-) medium. *Peak* 1262,43 cm<sup>-1</sup> menunjukkan regangan C-C. *Peak* 1123,33 cm<sup>-1</sup> menunjukkan regangan amina alifatik C-N dan pada *peak* 722,04 cm<sup>-1</sup> menunjukkan ikatan N-H (amina primer dan sekunder).

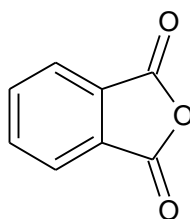
Berdasarkan pengujian FT-IR, peneliti melakukan hipotesis model struktur poliaminoamida yang paling mirip dengan poliaminoamida yang telah disintesis berdasarkan sifat serapan ikatan kovalen dan informasi yang diperoleh dari indeks

tentang kemungkinan senyawa yang dimaksud. Berdasarkan pengetahuan tersebut, peneliti menetapkan hipotesis poliaminoamida yang dimaksud adalah poliaminoamida yang telah berhasil disintesis oleh Saylik, dkk (2010) dengan nama merek VERSAMID<sup>(R)</sup> yang juga telah dijual secara komersial. Peneliti juga telah menetapkan unsur atau senyawa pada R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, X dan Y serta bilangan bulat b dan e. Struktur yang telah ditetapkan dapat dilihat pada Gambar 2.49 berikut.



Gambar 2.49 Hipotesis Struktur poliaminoamida berdasarkan pengujian FT-IR

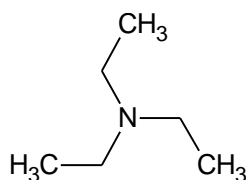
Berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya tentang modifikasi senyawa dengan gugus amina atau amida, maka peneliti bermaksud memodifikasi poliaminoamida dengan cara mereaksikan resin poliaminoamida dengan senyawa lain yang juga reaktif baik terhadap poliaminoamida maupun terhadap gugus epoksida pada resin epoksi. Peneliti menggunakan *phthalic anhydride* sebagai senyawa modifier dengan beberapa pertimbangan yaitu: 1) *phthalic anhydride* merupakan senyawa yang mengandung gugus *anhydride* yang reaktif, 2) *phthalic anhydride* juga merupakan salah satu *curing agent* resin epoksi, 3) *phthalic anhydride* mengandung gugus aromatik sehingga dapat meningkatkan ketahanan terhadap kimia dan termal, dan 4) *phthalic anhydride* juga dapat bereaksi dengan poliaminoamida. Gambar 2.50 menunjukkan struktur kimia dari *phthalic anhydride*. Dengan adanya gugus anhydride (O=C-O-C=O) membuat *phthalic* menjadi reaktif.



Gambar 2.50 Struktur kimia *phthalic anhydride*  
([https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/phthalic\\_anhydride](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/phthalic_anhydride))

#### 2.4.b Triethylamine modifikasi *phthalic anhydride*

*Triethylamine* merupakan suatu senyawa *tert-amine* yang memiliki rumus  $N(CH_2CH_3)_3$  dan umumnya disingkat  $Et_3N$  atau TEA. *Triethylamine* memiliki nama IUPAC *N,N-diethylethanamine* ([www.pubchem.ncbi](http://www.pubchem.ncbi)). *Triethylamine* merupakan cairan yang mudah menguap dan tidak berwarna dengan bau yang sangat menyengat seperti bau amonia. *Triethylamine* dapat disintesis dari reaksi antara amonia dan etanol. Struktur kimia *triethylamine* dapat dilihat pada Gambar 2.51.



Gambar 2.51 Struktur kimia triethylamine  
(<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/triethylamine>)

Dari Gambar 2.51 dapat dilihat bahwa nitrogen mengikat tiga gugus etil. Dengan kata lain berarti N tersebut merupakan N tersier. Adapun sifat fisika dan kimia triethylamine secara umum dapat dilihat pada Tabel 2.11. Dilihat dari struktur kimianya, triethylamine merupakan tertier amina. Tesoro (1988) menuliskan dalam bukunya yang berjudul “Epoxy resins-chemistry and technology” bahwa tert-amina merupakan kelas umum dari inisiator anionik yang secara komersial digunakan sebagai *curing agent* untuk resin epoksi. Namun, *triethylamine* yang digunakan sebagai curing agent harus sebanyak 35-40% berat terhadap resin epoksi (Teroso, 1988). Penggunaan triethylamine yang banyak dengan harga yang tinggi menyebabkan *triethylamine* tidak efektif digunakan sebagai curing agent. Oleh karena itu, *triethylamine* digunakan sebagai inisiator untuk menginisiasi resin epoksi kemudian ketika telah terbentuk suatu hidroksilat, dapat ditambahkan suatu anhydride (Trappe dkk, 1990). Tert-amina menjadi loncatan irreversibel terhadap epoksida. Hal ini mengimplikasikan bahwa jumlah rantai yang tumbuh ditentukan oleh jumlah molekul inisiator.

Tabel 2.11 Sifat fisika dan kimia *triethylamine*

Sifat	Nilai
PubChem CID	8471
Nama kimia	Triethylamine, N,N-Diethylethanamine
Rumus molekul	C <sub>6</sub> H <sub>15</sub> N
Berat molekul	101,19 g/mol
Bentuk	Cairan
Warna	Cairan tidak berwarna
Bau	Bau amonia
Titik didih	89°C
Titik leleh	-115°C
Kelarutan	Larut dalam etanol, CCl <sub>4</sub> , dan etil eter. Sangat larut dalam aseton, benzena dan kloroform. Dapat bercampur dengan alkohol, ether dan juga dengan air di bawah 18,7°C
Densitas	0,7275 pada 20°C

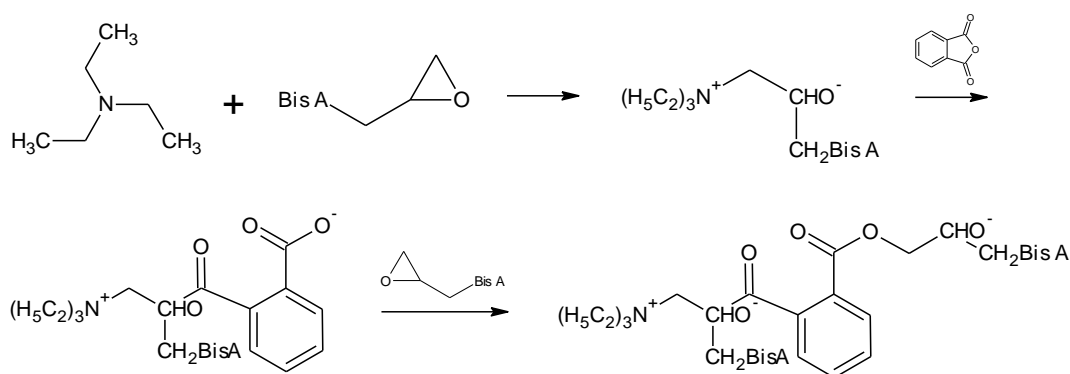
Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/triethylamine>

Pada penelitian ini, peneliti menggunakan *phthalic anhydride* yang digunakan bersama-sama dengan *triethylamine* sebagai *curing agent*. Gambar 2.52 menunjukkan reaksi pembentukan polimer termoset epoksi menggunakan *triethylamine* dan *phthalic anhydride*.

#### 2.4.c Ammonium adipat

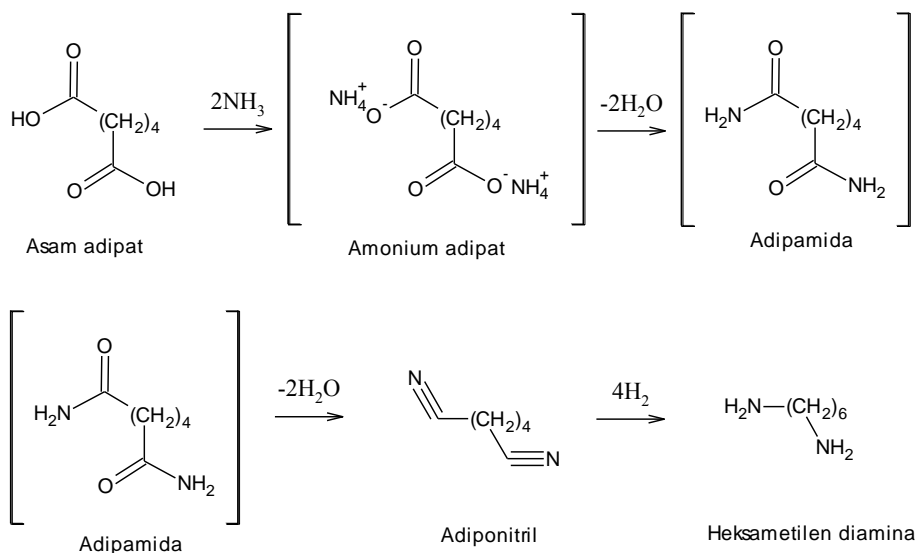
Ammonium adipat berasal dari reaksi antara monomer asam adipat dan ammonia. Penggunaan senyawa asam adipat sebagai bahan utama berdasarkan beberapa pertimbangan yaitu: 1) asam adipat memiliki jumlah rantai atom karbon alifatik yang banyak sehingga meningkatkan fleksibilitas serta reaksinya lebih cepat, 2) asam adipat memiliki gugus karboksilat pada kedua sisi dimana terdapat gugus hidroksil yang reaktif dan mudah putus jika direaksikan dengan ammonia

sehingga membentuk gugus amina dan amida, 3) asam adipat telah dijual di pasaran di Indonesia dengan harga terjangkau.



Gambar 2.52 Skematik reaksi *curing* resin epoksi menggunakan inisiator *triethylamine* dan *phthalic anhydride* (Steinmann, 1990)

Reaksi pembentukan senyawa golongan amina dapat dilihat pada Gambar 2.53. Berdasarkan Gambar 2.53, jenis amina yang dijadikan sebagai *curing agent* adalah adipamida dan heksametilen diamina. Selain itu juga dapat menggunakan senyawa amina yang mengandung silikon. Ketiga senyawa ini bereaksi dengan resin epoksi melalui proses reaksi poliadiasi.



Gambar 2.53 Skematik reaksi pembuatan heksametilen diamina (Wittcof dkk, 2004)



#### 2.4.d Adipamida

Adipamida disebut juga heksanadioik diamida atau heksanadiamida merupakan suatu jenis amida padat. Adipamida memiliki massa molar 144,17 g/mol dengan titik lebur 220 – 225°C. Adipamida dapat disintesis dari klorida adipoyl dalam reaksi eksotermik yang sangat keras. Sifat fisik dan kimia adipamida dapat dilihat pada Tabel 2.12. Adapun reaksi pembentukan *network* pada resin epoksi dapat dilihat pada Gambar 2.54.

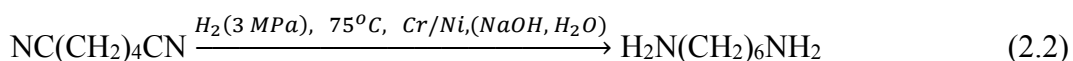
Tabel 2.12 Sifat fisika dan kimia adipamida

Sifat	Nilai
PubChem CID	12364
CAS Number	628-94-4
Rumus molekul	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
Berat molekul	144.17168 g/mol
Kompleksitas	118
Physical Description	Pellets Large Crystals
Titik leleh	220°C
Kelarutan	Slightly sol in water and ether. Very sol in alcohol

Sumber: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

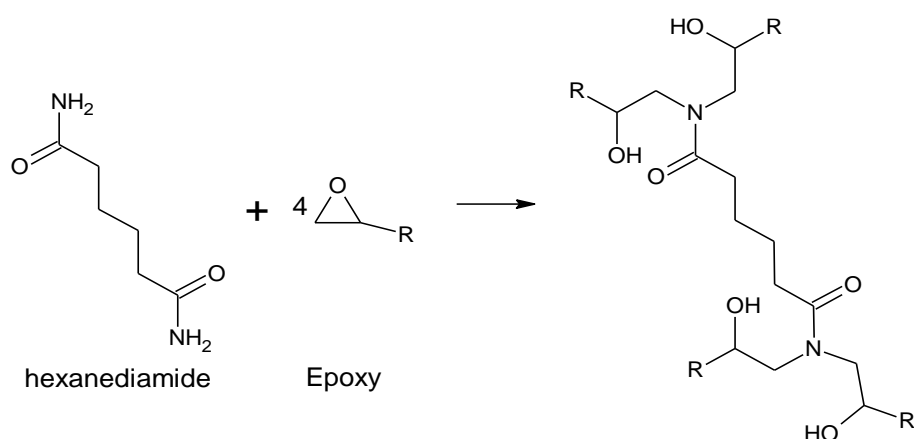
#### 2.4.e Heksametilen diamina (HMDA)

Heksametilena diamina (1,6-heksanadiamina) adalah padatan tak berwarna, larut dalam air dan alkohol. Heksametilena diamina adalah monomer kedua yang digunakan untuk memproduksi poliamida 66 dengan asam adipat atau esternya. Proses komersial untuk pembuatan heksametilena diamina memerlukan hidrogenasi adiponitril. Proses ini adalah proses fase cair kontinyu yang biasanya dilakukan pada 75°C dan tekanan 3 MPa dengan adanya kromium yang mengandung katalis Raney-Nikel dan natrium hidroksida berair (Deopura dkk, 2009):

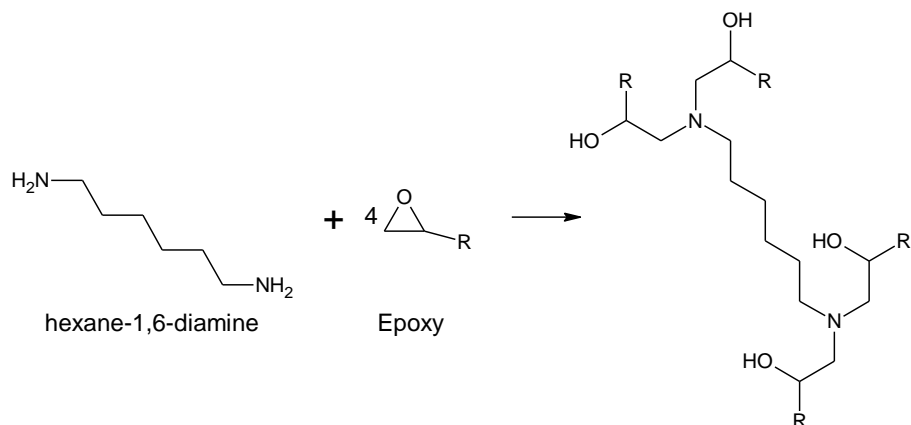


Proses DuPont yang lebih baru yaitu dikarakterisasi dengan penambahan langsung HCN pada butadiena. Pada dasarnya ini adalah proses dua tahap. Tahap pertama adalah operasi fase uap. Campuran gas butadiena, hidrogen sianida, nitrogen, dan hidroklorida dalam rasio 1:1:1:0.1 dikontakkan sekitar 215°C dan tekanan atmosfer dengan katalis tembaga magnesium kromit selama 50 menit.

Evolusi sintesis untuk HMDA memberikan contoh yang sangat baik tentang bagaimana proses canggih berkembang di industri kimia. Jalur pembuatan HMDA juga dapat melalui proses reaksi tradisional dimana asam adipat dan ammonia membentuk ammonium adipat, kemudian pada dehidrasi pertama ke amida dan kemudian ke nitril, membentuk adiponitril. Dalam kondisi yang tepat, reaksi asam adipat dan amonia menyebabkan nitril tanpa isolasi intermediat. Reaksi fase uap terjadi pada 275 °C dengan adanya campuran asam borak dan fosfat. Hal ini juga dapat dilakukan baik dalam fase cair atau sebagai lelehan pada suhu yang agak rendah dengan katalis asam fosfat. Selektivitas lebih tinggi dalam fase cairan dan lelehan. Pembentukan *network* antara heksametilen diamina dan resin epoksi dapat dilihat pada Gambar 2.55. Sifat fisika dan kimia heksametilendiamina dapat dilihat pada Tabel 2.13.



Gambar 2.54 Reaksi poliadisi pembentukan *cross-linked* resin epoksi menggunakan *heksanediamide* sebagai *curing agent*



Gambar 2.55 Reaksi poliadisi pembentukan *cross-linked* resin epoksi menggunakan hexane-1,6-diamine sebagai *curing agent*

Tabel 2.13 Sifat fisika dan kimia heksametilendiamina

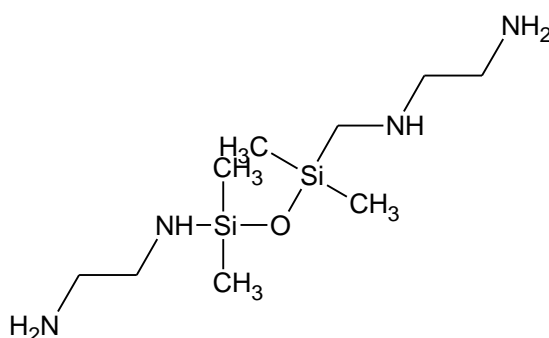
Sifat	Nilai
PubChem CID*	16402
CAS Number*	124-09-4
Physical state	Solid at 20°C and 1 atm
Bentuk	Crystalline powder
Warna	Colourless to white
Odour	Strong amine odour
Rumus molekul	C <sub>6</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub>
Berat molekul	116.20 g/mol
Titik didih	201°C at 1 atm
Titik flash	85°C at 1 atm
Flammabilitas	Non flammable
Sifat eksplosif	Non explosive
Self-ignitation temperature	315°C at 1 atm
Tekanan uap	0.27 hPa at 20°C
Kelarutan dalam air	637 g/l at 20°C, readily soluble
Octanol water partition coefficient (log Kow)	0.4 at 25°C

Sumber: [www.solvay.com/](http://www.solvay.com/), \*pubChem

Heksametilendiamina (HMDA) digunakan dalam berbagai cara, misalnya HMDA direaksikan dengan bahan kimia lain untuk membentuk komponen *coating*, *scale*, *corrosion inhibitors*, dan sebagai monomer dalam manufaktur poliureтана dan polyester. Selain itu, penggunaan terbesar heksametilendiamina adalah sebagai monomer pembuatan Nylon 6,6 dan juga sebagai bahan dalam cairan ekstraksi minyak/gas.

#### 2.4.f *Silicone-containing hexamethylenediamine (SCH)*

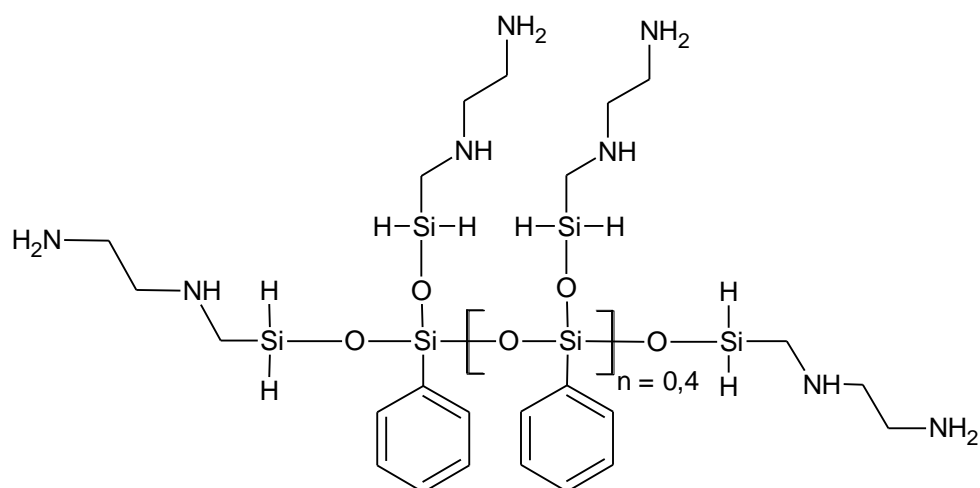
Senyawa SCH merupakan senyawa yang diperoleh berdasarkan hipotesis terhadap penelitian-penelitian sebelumnya. Li, dkk (2012) telah menemukan senyawa baru yaitu senyawa *1,3-Bis(2-aminoethylaminomethyl) tetramethyl-disiloxane*. Senyawa ini diperoleh dengan cara mereaksikan *dimethyl siloxane* dengan etana-1,2-diamina. Struktur *curing agent* yang dikemukakan oleh Cheng Li dapat dilihat pada Gambar 2.56.



Gambar 2.56 Struktur molekul *Silicone-containing polyamine (SFA)* (Li dkk, 2012)

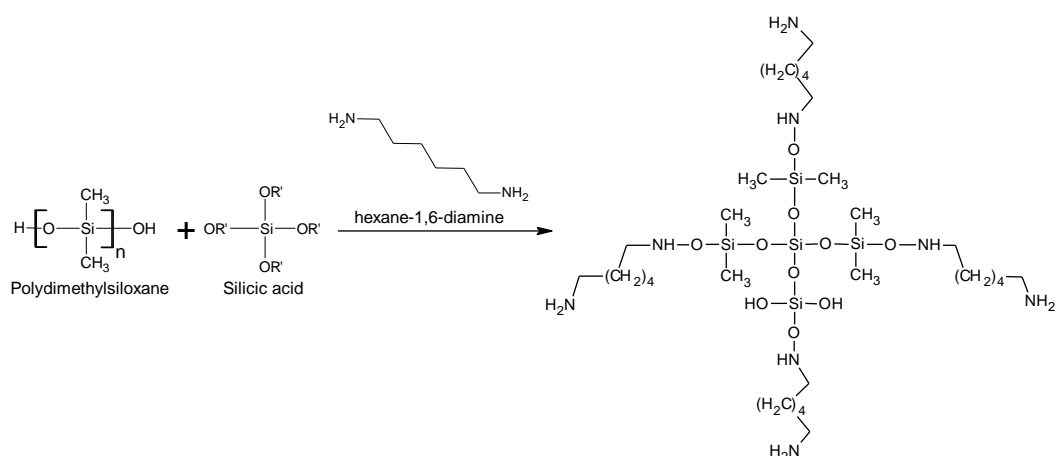
Cao, dkk (2014) juga telah mensintesis senyawa *curing agent* baru. Senyawa tersebut adalah campuran antara *silicone-phenyl* yang mengandung amina. Sintesis dilakukan dalam dua tahap yaitu tahap pertama mereaksikan antara senyawa *chloromethylethoxydimethylsilane* dengan *ethylenediamine* sehingga menghasilkan *(2-aminoethylaminomethyl) ethoxy-dimethylsilane*. Tahap kedua adalah mereaksikan antara *phenyltriethoxysilane* dengan katalis asam asetat dan air. Produk yang dihasilkan adalah *phenylsilane-triol*. Antara (2-

*aminoethylaminomethyl ethoxydimethylsilane* dan *phenylsilane-triol* juga direaksikan sehingga menghasilkan senyawa PSPA (*silicone-phenyl contained aliphatic polyamine*) sebagai *curing agent* yang dapat dilihat pada Gambar 2.57.



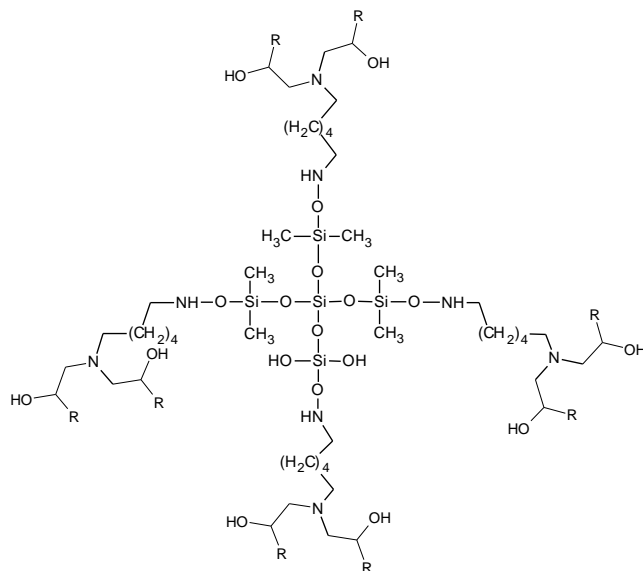
Gambar 2.57 Struktur molekul PSPA (Cao dkk, 2014)

Berdasarkan penelitian sebelumnya tersebut, maka ditarik suatu hipotesis bahwa penggunaan heksametilen diamina yang dicampurkan pada dimethylsiloxane menghasilkan senyawa baru yang dapat berfungsi sebagai *curing agent*. Reaksi pembentukan *silicone-containing hexamethylenediamine* dapat dilihat pada Gambar 2.58.



Gambar 2.58 Pemodelan reaksi polikondensasi pembentukan *silicone-containing hexamethylenediamine* (SCH) (hipotesis)

Resin *polydimethylsiloxane* di pasaran telah mengandung *silicic acid* yang merupakan *cross-linker* dari resin tersebut. Penambahan *hexamethylenediamine* diharapkan mampu meningkatkan reaktivitas resin ketika akan bereaksi dengan epoksi. Polimer termoset yang ingin dicapai berdasarkan pada Gambar 2.59.



Gambar 2.59 *Network Epoxy/Silicone-containing hexamethylenediamine*

Pemilihan *polydimethylsiloxane* sebagai bagian dari *curing agent* karena:

- 1) polimer ini merupakan salah satu polimer yang sangat fleksibel. Penambahan polimer ini diharapkan dapat meningkatkan fleksibilitas dari epoksi,
- 2) *polydimethylsiloxane* reaktif pada kedua sisinya karena mengandung gugus hidroksil sehingga mudah berikatan dengan suatu amina,
- 3) *polydimethylsiloxane* mudah diperoleh di pasaran Indonesia dengan harga terjangkau. Adapun sifat fisik dan kimia *polydimethylsiloxane* dapat dilihat pada Tabel 2.14 dan sifat mekanik dan termal pada Tabel 2.15.

## 2.5 Oligomer RTV *silicone rubber* Sebagai Material Kedua

Penggunaan elastomer yang ditambahkan ke dalam resin epoksi telah banyak dilakukan oleh peneliti terdahulu untuk memperoleh sifat tertentu pada berbagai aplikasi. Salah satunya adalah dengan menggunakan *silicone rubber*.

Jaya (2012) pada penelitiannya menggunakan RTV *silicone rubber* sebagai salah satu material untuk insulator listrik bersama-sama dengan epoksi dan sekam padi.

Tabel 2.14 Sifat fisika dan kimia *polydimethylsiloxane*

Sifat	Nilai
CAS Number	8050-81-5
Rumus struktur	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{H}_3\text{C}-\text{Si}-\text{O}-\left[ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{Si}-\text{O} \\   \\ \text{H}_3\text{C} \end{array} \right]_n \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{Si}-\text{CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array} \end{array}$ $n = 90 \text{ s/d } 410$
Formula weight	6,800 to 30,000
Physical state	Clear, colourless, viscous liquid
Solubilitas	Insoluble in water and ethanol, soluble in carbon tetrachloride, benzene, chloroform, diethylether, toluene, and other organic solvent
Specific gravity	0.964 – 0.977
Viscositas	100 – 1500 cSt at 25°
Mass density	0.97 kg/m <sup>3</sup>

Sumber: JECFA (1990)

Tabel 2.15 Sifat mekanik dan termal *polydimethylsiloxane*

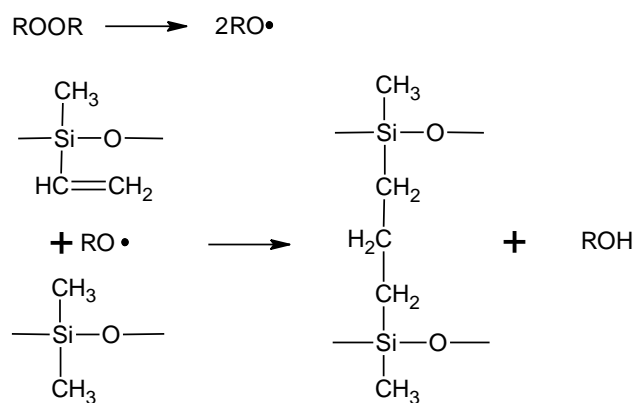
Young's modulus	360 – 870 KPa
Poisson ratio	0.5
Tensile or fracture strength	2.24 MPa
Specific heat	1.46 kJ/kg K
Thermal conductivity	0.15 W/m K
Dielectric constant	2.3 – 2.8
Index of refraction	1.4
Electrical conductivity	$4 \times 10^3 \text{ ohm.m}$
Adhesion to silicon dioxide	Excellent
Melting point	-49.9 – 40°

Sumber: <http://www.mit.edu/>

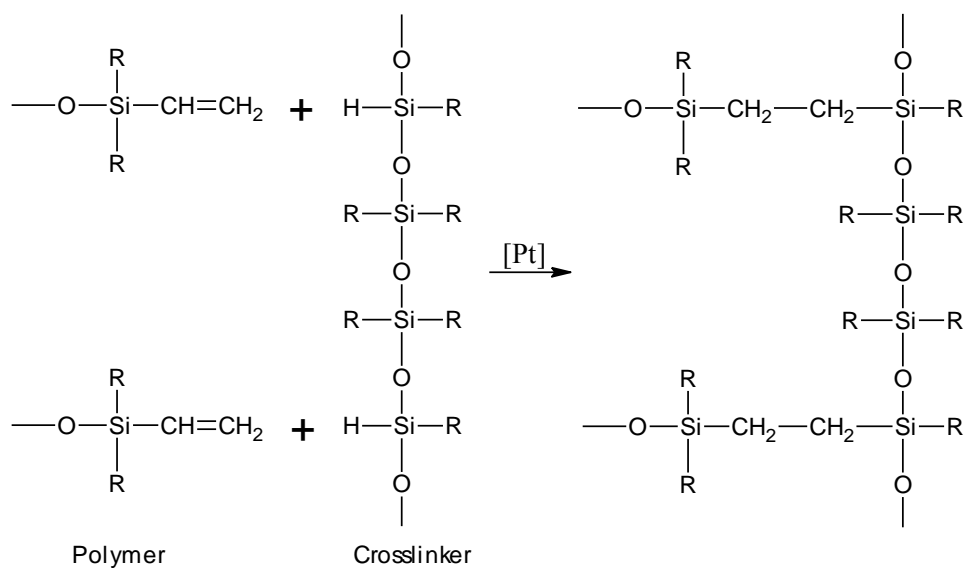
Rey (1999) menggunakan partikel *siloxane* untuk meningkatkan ketahanan perambatan retak pada resin epoksi. Secara umum *silicone rubber* dapat dibagi menjadi dua berdasarkan temperatur *curing* yaitu HTV (*Heat Temperature Vulcanization*) dan RTV (*Room Temperature Vulcanization*). HTV *silicone rubber* merupakan suatu jenis rubber yang dapat mengalami *curing* sempurna membentuk *crosslink* elastomer jika diberikan panas, sedangkan RTV *silicone rubber* merupakan material yang dapat mengalami *curing* pada temperatur ruang dengan adanya penambahan katalis.

Berdasarkan jenis reaksi *crosslinking* yang terjadi, *silicone rubber* dapat dibagi menjadi tiga, yaitu; pertama *curing* peroksida, yaitu diawali dengan pembentukan radikal bebas baik menggunakan panas maupun menggunakan radiasi. Pada *curing* peroksida, *silicone rubber* mengandung grup *vinyl*. Grup *vinyl* ini nantinya yang akan diserang oleh radikal bebas sehingga ikatan  $\pi$  putus dan saling berikatan antar molekul membentuk polimer. Reaksi *crosslinking* jenis ini biasanya terjadi pada HTV *silicone rubber*. Reaksi pembentukan HTV *silicone rubber* melalui proses *curing* peroksida dapat dilihat pada Gambar 2.60. Ke dua adalah *curing* adisi, yaitu diawali dengan pemutusan ikatan rangkap pada gugus *vinyl* oleh katalis platina, paladium atau rodium, jika menggunakan platina-kompleks, reaksi dapat terjadi pada suhu kamar. Platina yang mengandung nitrogen dapat memaksimalkan *curing* adisi pada temperatur tinggi. Reaksi *crosslinking* jenis ini dapat terjadi pada RTV 2 *silicone rubber*. Reaksi pembentukan elastomer melalui proses *curing* adisi dapat dilihat pada Gambar 2.61. Ke tiga adalah *curing* kondensasi, menggunakan dibutyltin dilaurat atau dibutyltin oktoat sebagai katalis untuk mereaksikan antara  $\alpha,\omega$ -dihydroxypolydimethylsiloxanes dan ester asam silikat. Air memiliki efek mempercepat dari laju reaksi yang kuat. Laju reaksi juga tergantung pada *crosslinking agent* (fungsionalitasnya, konsentrasi dan struktur kimia) dan pada jenis katalis. Tidak seperti lateks organik dan rubber, tidak ada sulfur yang digunakan untuk *curing silicone rubbers*. Reaksi pembentukan RTV *silicone rubber* melalui proses *curing* kondensasi dapat dilihat pada Gambar 2.62.

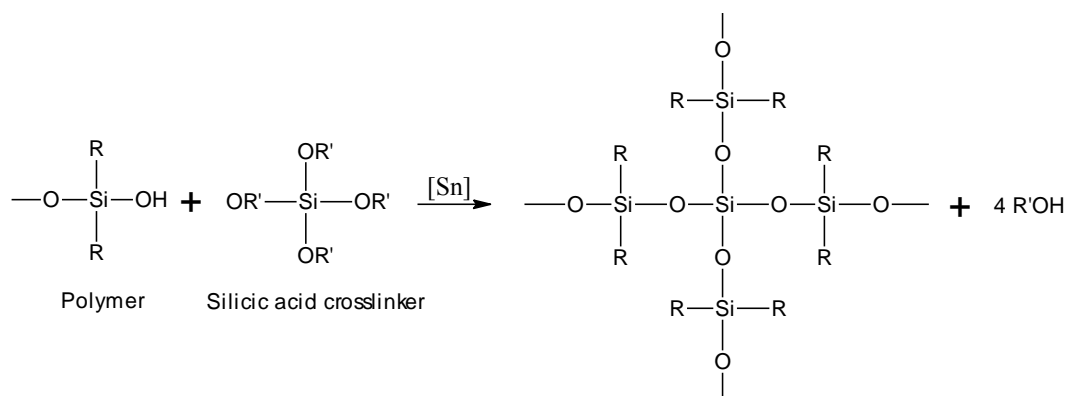




Gambar 2.60 Reaksi pembentukan *rubber* melalui proses *curing* peroksida



Gambar 2.61 Reaksi pembentukan *rubber* melalui proses *curing* adisi



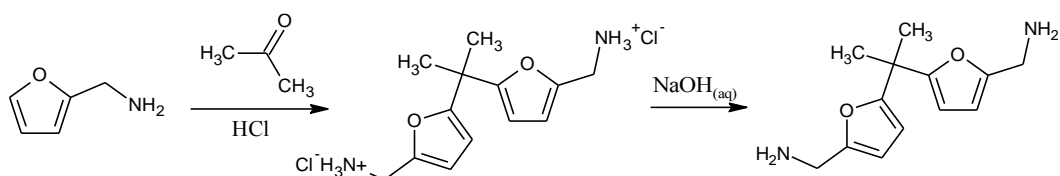
Gambar 2.62 Reaksi pembentukan *rubber* melalui proses *curing* kondensasi

Peneliti bermaksud menggunakan material RTV *silicone rubber* sebagai material kedua untuk dicampurkan dengan resin epoksi. Tujuan dari pencampuran adalah untuk meningkatkan kestabilan termal dan kekuatan impak material yang nantinya akan diaplikasikan sebagai material *coating*. Spesifikasi oligomer RTV *silicone rubber* komersial dapat dilihat pada Lampiran 6.

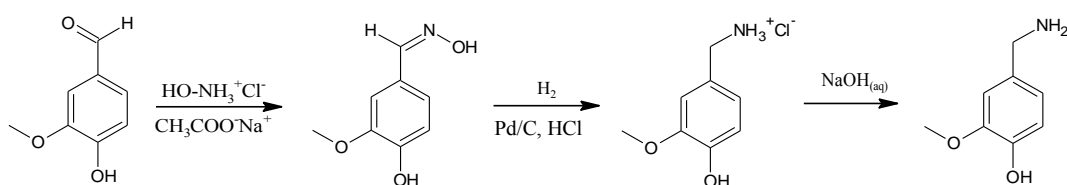
## 2.6 Curing agents dari sumber daya yang terbarukan

Sumber daya alam yang melimpah dan dapat diperbaharui merupakan alasan yang tak terhindarkan bagi para ilmuwan melakukan berbagai riset dalam berbagai bidang ilmu. Telah banyak riset yang mengarah pada penggunaan bahan alam sebagai salah satu komponen penting. Salah satu bidang yang berkaitan langsung dalam hal ini adalah bidang material polimer. Penggunaan bahan alam sebagai *curing agent* merupakan inovasi material yang menantang terutama untuk meningkatkan *properties* dari suatu polimer *engineering*.

Fache, dkk (2015) telah berhasil mensintesis *cross-linker* epoksi yaitu suatu jenis aromatik-amina yang berasal dari bahan alam. Fache menggunakan *bio-sourced* vanillin dan furfural. Senyawa aromatik-amina yang berhasil disintesis antara lain bisfurfurylamine (Gambar 2.63) dan *vanillyamine* (Gambar 2.64). Kedua senyawa dapat mengkurangkan epoksi dengan temperatur yang berbeda.



Gambar 2.63 Reaksi pembentukan *bis(furfurylamine)* A (Fache dkk, 2015)



Gambar 2.64 Reaksi pembentukan *vanillyamine* (Fache dkk, 2015)

## 2.7 Aplikasi Termoset Epoksi

Epoksi banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang baik sebagai lapisan pelindung, perekat, komposit lanjutan, senyawa modeling untuk enkapsulasi elektronik, material isolasi listrik, dan lain-lain. Termasuk juga diaplikasikan sebagai komposit yang ditambahkan dengan serat fiber untuk pembuatan kapal. Grenier (1996) mengemukakan bahwa resin termoset merupakan jenis polimer yang paling eksklusif dalam aplikasinya di laut. Termasuk resin poliester dan epoksi. Hal ini karena memiliki ketahanan terhadap suhu tinggi, ketahanan pelarut yang baik, tahan korosi, sifat mekanik dan listrik yang baik. Epoksi juga memiliki sifat mekanik yang tinggi. Karena memiliki sifat mekanik yang tinggi, maka termoset epoksi bersifat getas. Oleh sebab itu, pada penelitian yang dilakukan oleh Grabovac (2005), termoset epoksi ditambahkan elastomer liquid dengan tujuan untuk meningkatkan ketangguhan termoset epoksi untuk aplikasi *coating*.

Salah satu bahan pelapis komersial yang telah dipasarkan yaitu *Gelcoat*. *Gelcoat* adalah bahan yang digunakan untuk proses *finishing* pada permukaan yang terlihat dari fiber yang diperkuat oleh serat. *Gelcoat* pada umumnya dibuat dari resin epoksi atau *unsaturated polyester*. *Gelcoat* adalah jenis resin yang dimodifikasi yang diaplikasikan untuk cetakan dalam kondisi cair. *Gelcoat* kemudian akan mengalami *crosslinking* dan berikatan mekanik dengan bahan yang dilapisi. *Gelcoat* dirancang untuk tahan lama, memberikan ketahanan terhadap degradasi ultraviolet dan hidrolisis. Selain itu *gelcoat* harus direkayasa sehingga memiliki sifat elastis yang tinggi, kekuatan yang unggul serta ketahanan abrasi yang luar biasa. Penambahan RTV *silicone rubber* oleh peneliti dimaksudkan agar resin epoksi yang termodifikasi RTV *silicone rubber* dapat diaplikasikan sebagai *gelcoat* dengan ketahanan dan kekuatan impak yang tinggi.

## BAB 3

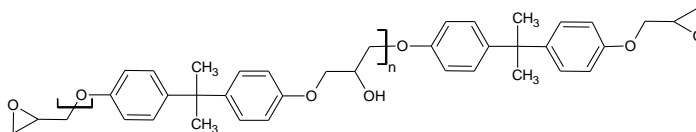
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Bahan dan Alat

##### 3.1.1 Bahan

##### 3.1.1.1 Resin Epoksi

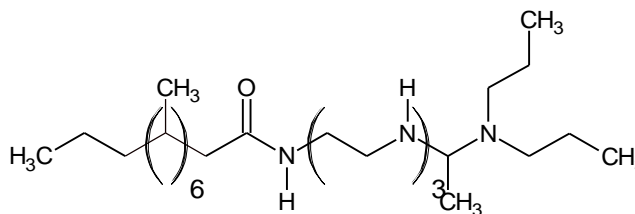
Resin epoksi yang digunakan pada penelitian ini adalah Resin Epoksi buatan Jerman jenis DGEBA (Diglycidyl ether bisphenol A). Resin ini diperoleh dari PT. Justus Kimiaraya, Surabaya, Indonesia.



Gambar 3.1 Resin epoksi komersial jenis DGEBA

##### 3.1.1.2 Resin Poliaminoamida

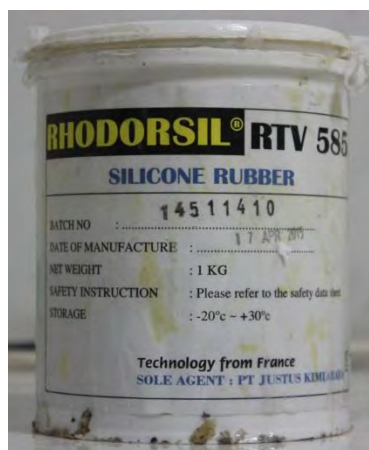
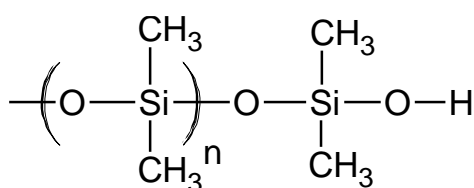
Resin poliaminoamida pada penelitian ini adalah buatan Jerman yang diperoleh dari PT. Justus Kimiaraya, Surabaya, Indonesia.



Gambar 3.2 Resin poliaminoamida komersial

### 3.1.1.3 Resin Room Temperature Vulcanization Silicone Rubber

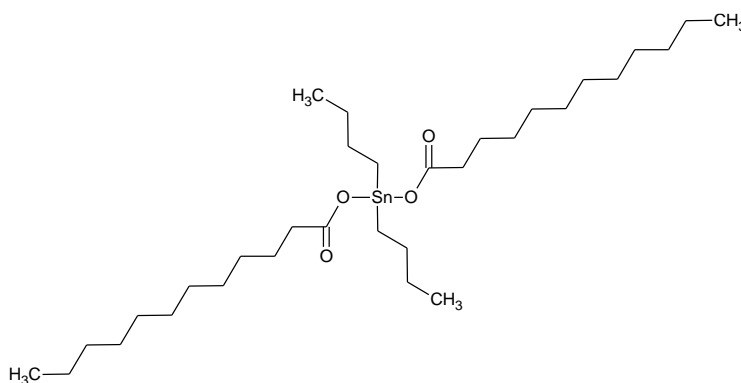
Resin *Room Temperature Vulcanization* silicone rubber (RTV *silicone rubber*) pada penelitian ini adalah buatan Prancis yang diperoleh dari PT. Justus Kimiaraya, Surabaya, Indonesia.



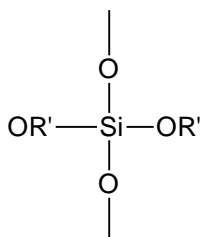
Gambar 3.3 Resin RTV *silicone rubber*

### 3.1.1.4 Bluesil Catalyst

Merupakan salah satu jenis katalis cair yang diperoleh dari PT. Justus Kimiaraya, Surabaya, Indonesia. Digunakan sebagai katalis untuk mengaktifkan RTV *silicone rubber*. *Bluesil catalyst* mengandung dua senyawa utama yaitu katalis Sn-kompleks berupa dibutilin dilaurat dan *crosslinker agent* berupa asam silikat.



Gambar 3.4 Struktur Sn-kompleks (dibutilin dilaurat)



Gambar 3.5 Struktur kimia *crosslinker agent* berupa asam silikat

#### 3.1.1.5 Aseton, C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O

Aseton yang digunakan sebagai pelarut pada penelitian ini diperoleh dari PT. Sumber Utama Kimia Murni, Surabaya, Indonesia.



Gambar 3.6 Larutan aseton

Properties: b.p. 56-57°C, m.p. – 95°C, Massa molar 58.08 g/mol, densitas 0,791 g/cm<sup>3</sup>. Aseton digunakan sebagai pelarut untuk melarutkan *phthalic anhydride*.

#### 3.1.1.6 *Phthalic Anhydride*, C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>3</sub>

*Phthalic anhydride* yang digunakan pada penelitian ini diperoleh dari PT. Sumber Utama Kimia Murni, Surabaya, Indonesia. Digunakan sebagai *curing agent* dengan penambahan poliaminoamida.



Gambar 3.7 *Phthalic anhydride*

Properties: b.p. 295°C, m.p. 131,6°C, Massa molar 148,1 g/mol, densitas 1,53 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.1.1.7 Air destilat

Air destilat yang digunakan pada penelitian ini diperoleh dari PT. Sumber Utama Kimia Murni, Surabaya, Indonesia.

#### 3.1.1.8 Asam bromida, HBr

Asam bromida yang digunakan diperoleh dari PT. Sumber Utama Kimia Murni, Surabaya, Indonesia. Asam bromida dilarutkan dalam asam asetat glasial untuk membuat 0,1 N HBr. Properties: b.p. 126°C, m.p. -86°C, Massa molar 81 g/mol, densitas 1,49 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.1.1.9 Natrium hidroksida, NaOH

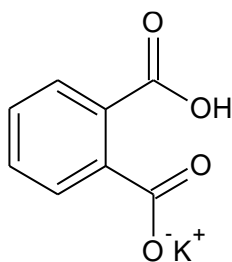
Natrium hidroksida yang digunakan diperoleh dari PT. Sumber Utama Kimia Murni, Surabaya, Indonesia. NaOH 10% digunakan sebagai larutan untuk pengujian *chemical resistance* dan untuk penentuan *eeq (epoxy equivalent)*. Properties: b.p. 1,388°C, m.p. 318°C, massa molar 39,99 g/mol, dan densitas 2,13 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.1.1.10 Asam Klorida, HCl

Asam klorida yang digunakan diperoleh dari PT. Sumber Utama Kimia Murni, Surabaya, Indonesia. Bersama-sama dengan NaOH, HCl digunakan sebagai *reagent* untuk pengujian *chemical resistance*. Properties: b.p.  $-85,05^{\circ}\text{C}$ , m.p.  $-114,2^{\circ}\text{C}$ , massa molar  $36,46\text{ g/mol}$ , dan densitas  $1,49\text{ g/cm}^3$ .

#### 3.1.1.11 Potassium Hydrogen Phthalate, $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$

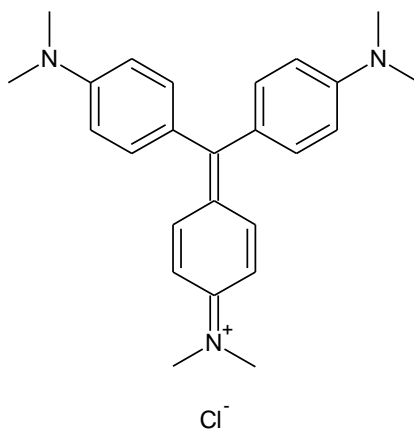
Properties: m.p.  $295^{\circ}\text{C}$ , Massa molar  $204,22\text{ g/mol}$ , densitas  $1,636\text{ g/cm}^3$ . Merupakan reagen yang digunakan untuk menentukan *eeq*. *Potassium hydrogen phthalate* diperoleh dengan cara mencampurkan antara *phthalic anhydride* dan KOH.



Gambar 3.8 Struktur kimia *pottasium hydrogen phthalate*

#### 3.1.1.12 Indikator Metil violet, $\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{N}_3\text{Cl}$

Indikator metil violet digunakan untuk penentuan nilai EEW dari epoksi dan EW dari poliaminoamida. Properties: m.p.  $215^{\circ}\text{C}$ , massa molar  $407,97\text{ g/mol}$ , larut dalam air, kloroform, aseton dan etanol, tidak larut dalam *xylene*.



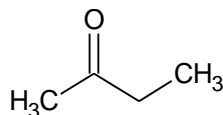
Gambar 3.9 Struktur indikator metil violet

([https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Crystal\\_violet#section=Top](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Crystal_violet#section=Top))



#### 3.1.1.13 *Methyl Ethyl Ketone* (MEK) atau *butanone*, C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O

MEK digunakan sebagai pelarut untuk melarutkan sampel dalam pengujian titrasi asam. Properties: b.p. 80°C, m.p. -87°C, massa molar 72,11 g/mol, densitas 0,8050 g/cm<sup>3</sup>.



Gambar 3.10 Struktur kimia *methyl ethyl ketone*

(<http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.6321.html>)

### 3.1.2 Alat.

#### 3.1.2.1 *Hot plate* dan *Magnetic stirrer*

Thermo Scientific Cimarec Ceramic 7x7 Stirring Hot Plate, Model HP131225Q. Temp. Range 5 – 540°C. Digunakan untuk mengaduk dan memanaskan larutan secara bersamaan.



Gambar 3.11 Pemanas *Hot Plate*

#### 3.1.2.2 *Oven*

Vacuum oven VO500 Memmert. Digunakan untuk memanaskan spesimen.



Gambar 3.12 Pemanas *Oven*

### 3.1.2.3 Timbangan analitik

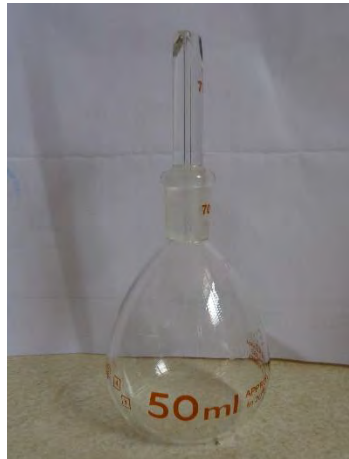
Mettler Toledo™ NewClassic MS Analytical Balances with Draft Shield. Kapasitas 200 g, Linearity  $\pm 0,2$  g. Timbangan analitik ini berfungsi untuk menimbang sampel dan material lain yang mendukung penelitian.



Gambar 3.13 Timbangan analitik

### 3.1.2.4 Piknomoeter 50 ml

Piknometer digunakan untuk mengukur densitas dari material termoset epoksi. PICNO-M50-C dengan *brand* IWAKI didasarkan pada standar ISO 3507 diperoleh dari PT. IWAKI GLASS INDONESIA. Toleransi  $\pm 3$  ml, akurasi  $\pm 0,001$  ml dan volume ketika diukur 50,073 ml.



Gambar 3.14 Piknometer

3.1.2.5 Gelas kimia

3.1.2.6 Buret 25 ml

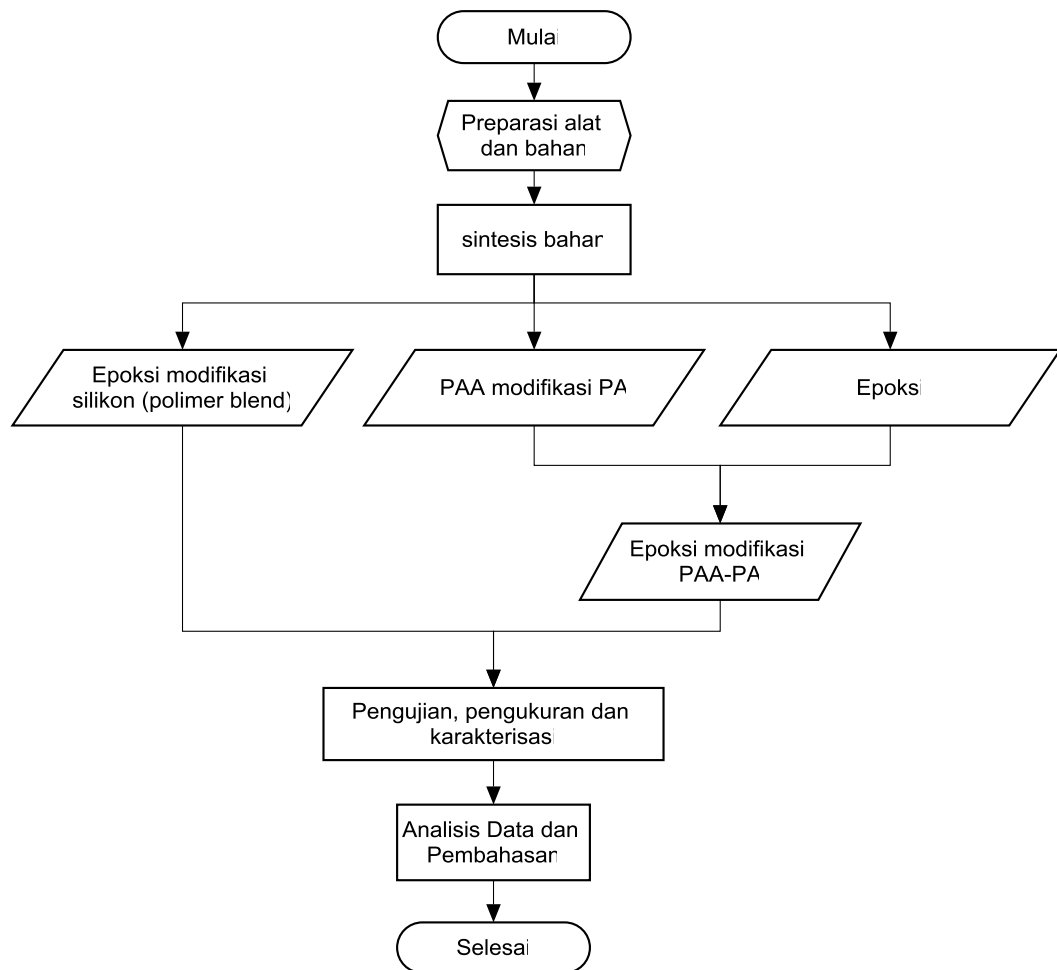
3.1.2.7 Erlenmeyer

3.1.2.8 Kondensor

3.1.2.9 Cetakan spesimen tarik

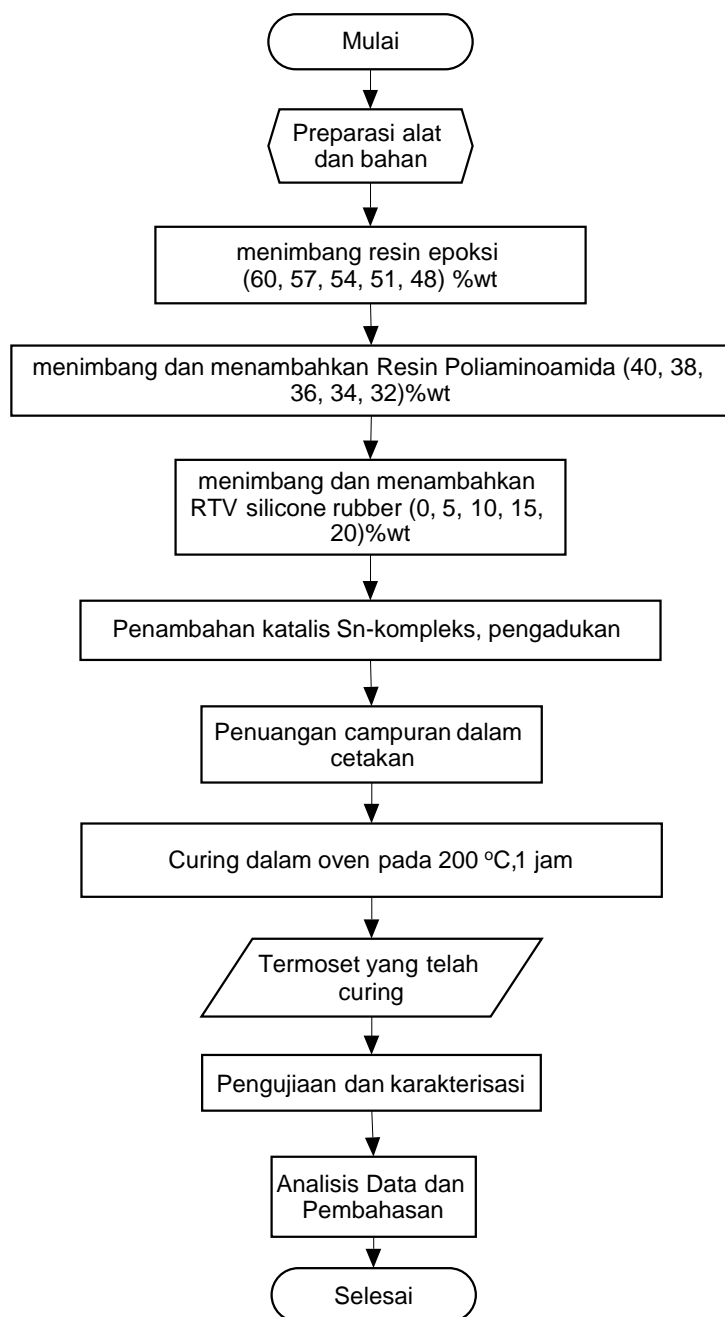
## 3.2 Diagram Alir Penelitian

### 3.2.1 Roadmap Penelitian



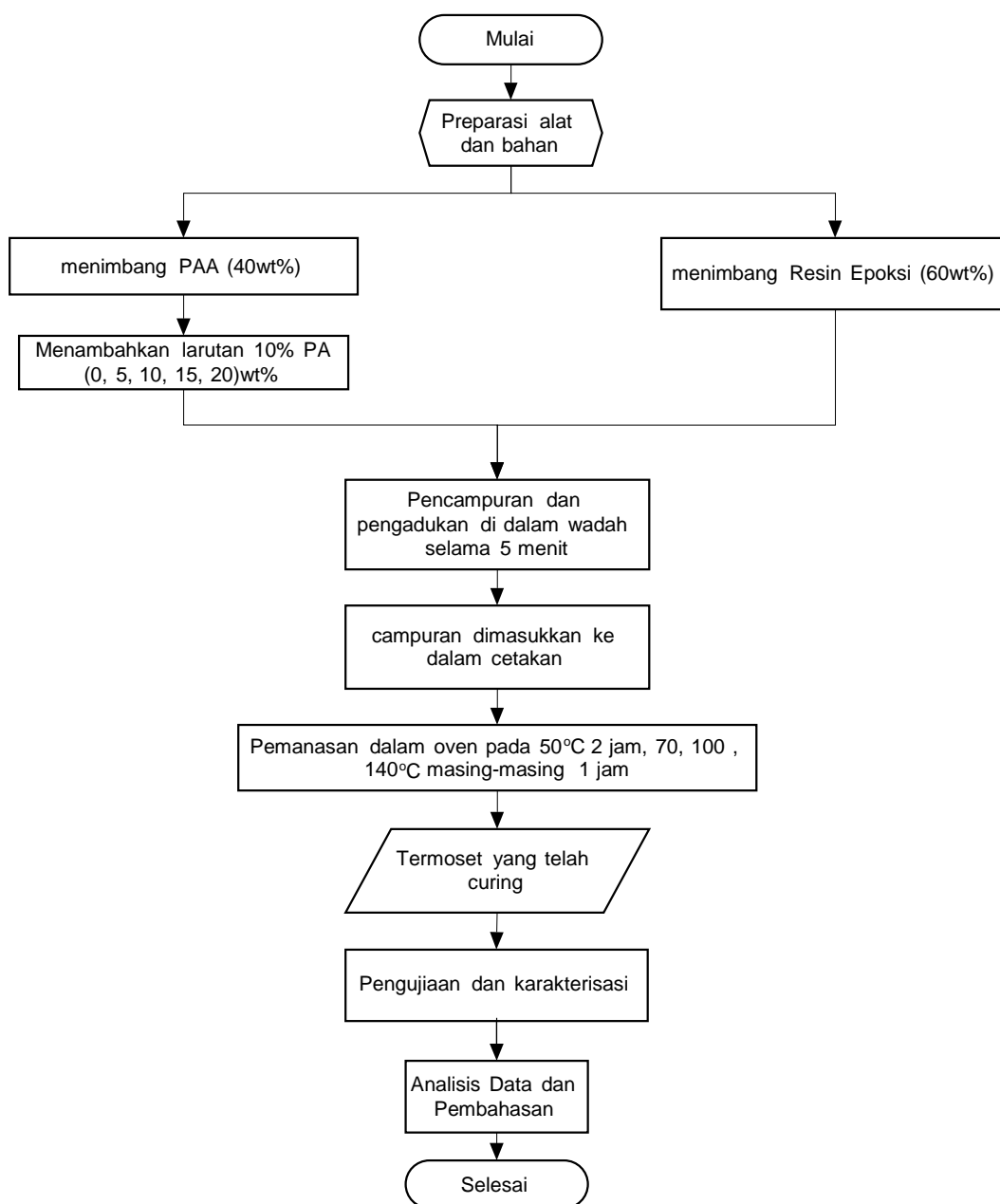
Gambar 3.15 *Roadmap* penelitian

### 3.2.2 Sintesis Epoksi/RTV *Silicone rubber blend* menggunakan hardener poliaminoamida dan katalis Sn-kompleks.



Gambar 3.16 Skematik tahapan Sintesis Epoxy/RTV *silicone rubber blend* menggunakan hardener poliaminoamida

### 3.2.3 Sintesis *crosslink Epoxy/polyaminoamide-phthalic anhydride*



Gambar 3.17 Skematik tahapan Sintesis *crosslink Epoxy/polyaminoamide-phthalic anhydride*

### 3.3 Prosedur Penelitian

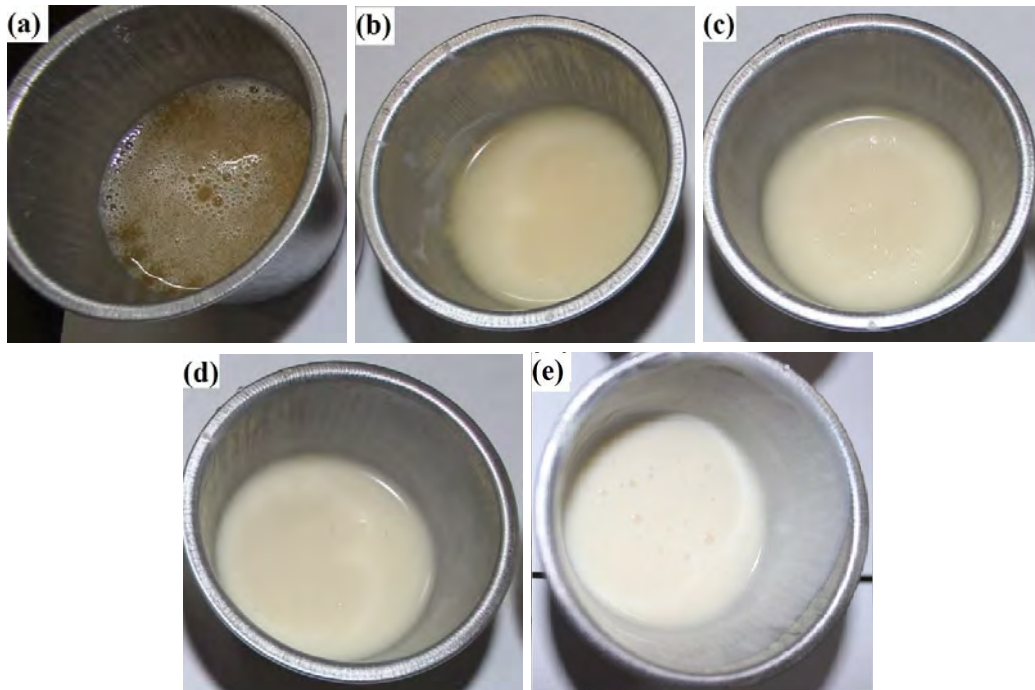
#### 3.3.1 Sintesis *crosslink Epoxy-containing RTV silicone rubber* menggunakan hardener *polyaminoamide*

- a. Masukkan resin epoksi 57 %wt (11,4 gram) ke dalam reaktor. Aduk secara perlahan-lahan.
- b. Tambahkan resin poliaminoamida sebanyak 38 %wt (7,6 gram) ke dalam reaktor.
- c. Resin RTV *silicone rubber* 5%wt (1 gram) ditimbang dan dimasukkan ke dalam reaktor (wadah aluminium).
- d. Tambahkan katalis Sn-kompleks kemudian campuran diaduk selama 5 menit.
- e. Tuang campuran dalam cetakan yang telah disediakan.
- f. Masukkan campuran dalam oven pada temperatur 200°C selama 1 jam.
- g. Setelah 1 jam, campuran yang telah *curing* dikeluarkan dan didinginkan pada temperatur ruang.
- h. Lakukan pengujian dan karakterisasi terhadap terhadap termoset yang telah *curing* tersebut.
- i. Buat juga spesimen dengan jumlah RTV *silicone rubber* 10, 15 dan 20 wt%, poliaminoamida 36, 34 dan 32 wt%, dan epoksi 54, 51, 48 wt%. Pencampuran dan perubahan warna sampel dapat dilihat pada Gambar 3.18. Perubahan warna termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* setelah pemanasan dapat dilihat pada Gambar 3.19.

#### 3.3.2 Sintesis *crosslink epoxy/polyaminoamide-phthalic anhydride*

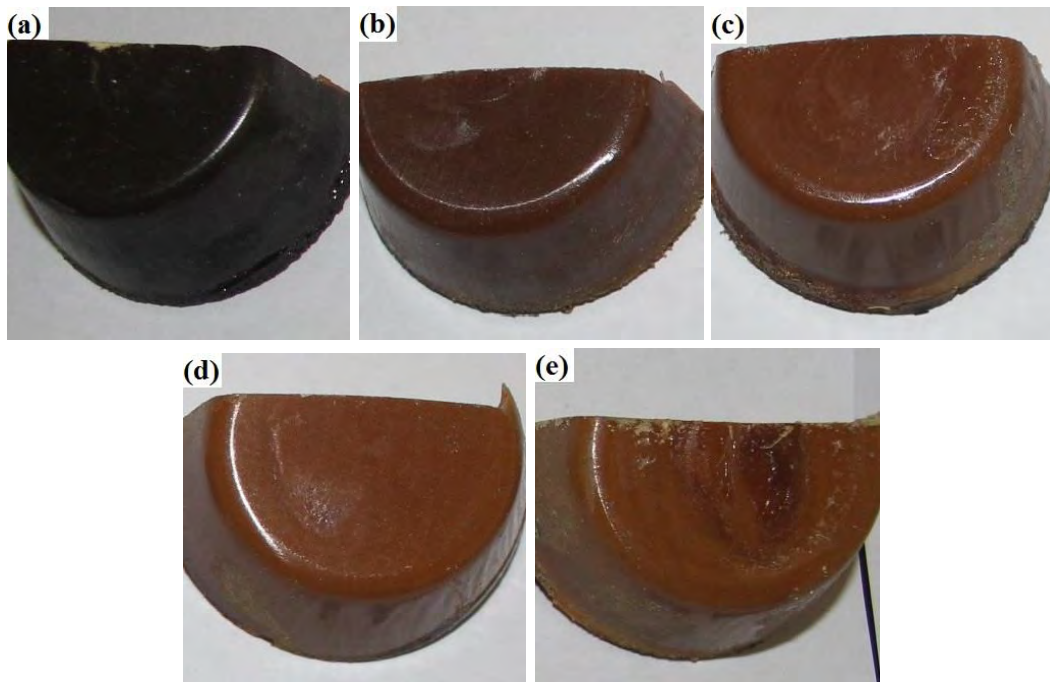
- a. Timbang poliaminoamida-*phthalate anhydride* sebanyak 40wt%. Masukkan dalam reaktor.
- b. Tambahkan resin epoksi (60wt%) ke dalam reaktor. Campuran diaduk selama 5 menit.
- c. Tuang campuran ke dalam cetakan yang telah disediakan.
- d. Masukkan campuran ke dalam oven pada temperatur 50°C 2 jam, 70°C 1 jam, 100°C 1 jam, dan 140°C 1 jam.

- j. Termoset yang telah *curing* diuji dan dikarakterisasi. Pencampuran dan perubahan warna sampel dapat dilihat pada Gambar 3.20. Perubahan warna termoset epoksi/PAA/PA setelah pemanasan dapat dilihat pada Gambar 3.21.

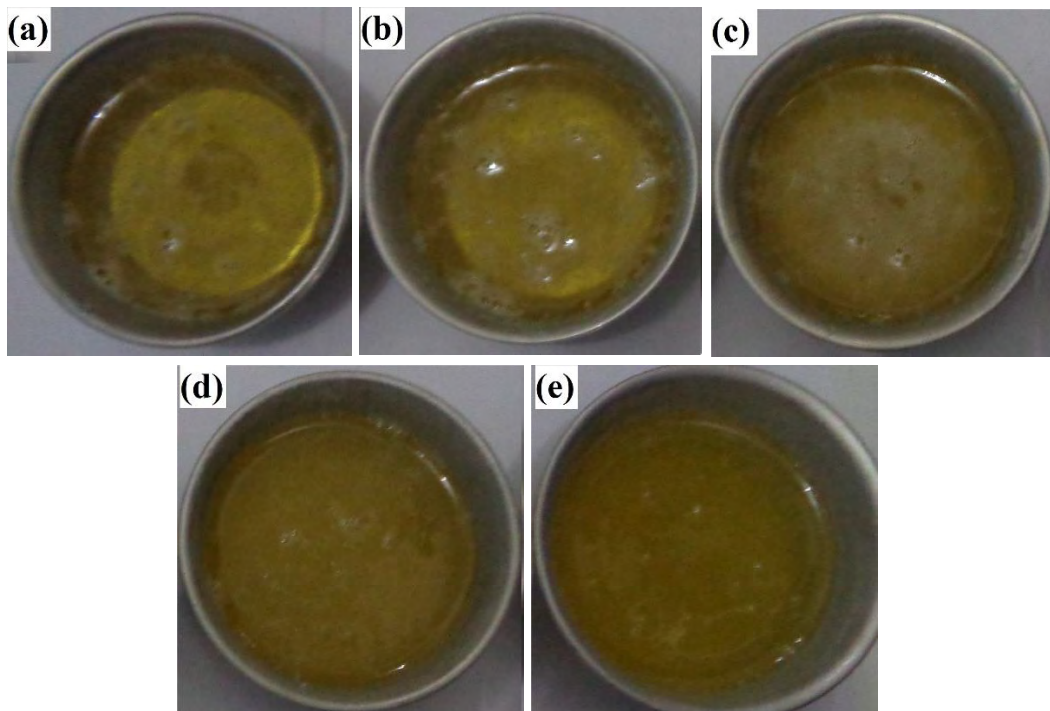


Gambar 3.18 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap perubahan warna Epoksi/PAA; (a) 0wt% RTV *silicone rubber*, (b) 5wt% RTV *silicone rubber*, (c) 10wt% TV *silicone rubber*, (d) 15wt% RTV *silicone rubber*, dan (e) 20wt% RTV *silicone rubber*

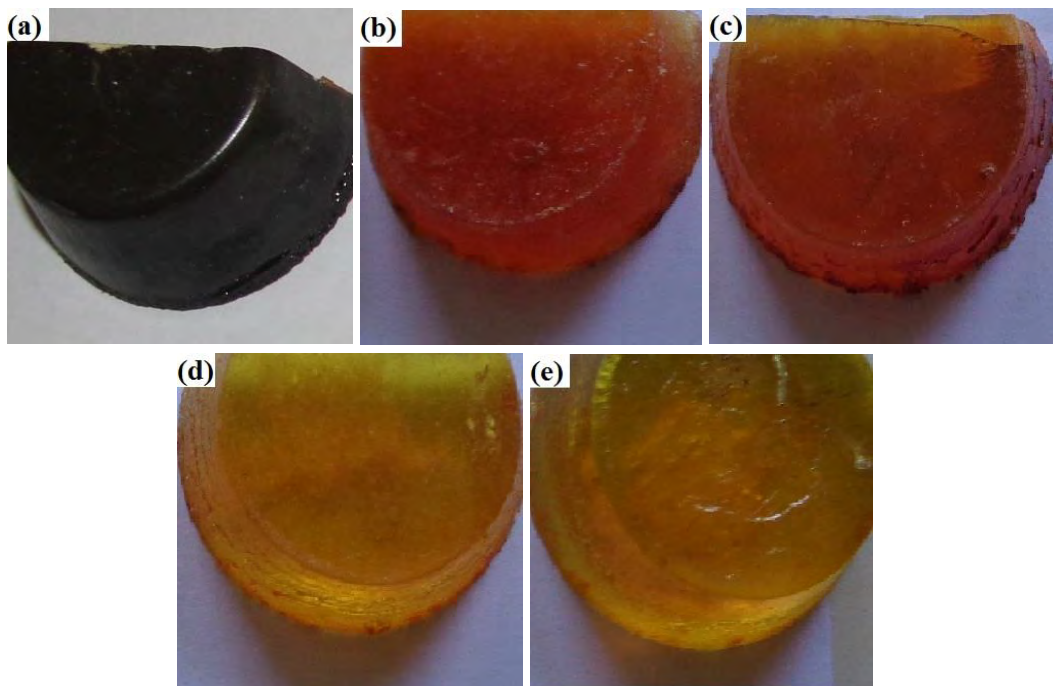




Gambar 3.19 Termoset epoksi/PAA/xwt%RTV *silicone rubber* setelah dipanaskan pada temperatur 200°C, 1 jam; (a) 0wt% RTV *silicone rubber*, (b) 5wt% RTV *silicone rubber*, (c) 10wt% TV *silicone rubber*, (d) 15wt% RTV *silicone rubber*, dan (e) 20wt% RTV *silicone rubber*



Gambar 3.20 Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan warna Epoksi/PAA; (a) 0wt% PA, (b) 5wt% PA, (c) 10wt% PA, (d) 15wt% PA, dan (e) 20wt% PA



Gambar 3.21 Termoset epoksi/PAA/xwt%PA setelah dipanaskan pada temperatur bertahap 50°C 2 jam, 70, 100 dan 140°C masing-masing 1 jam serta *curing* 200°C tanpa penambahan PA; (a) 0wt% PA, (b) 5wt% PA, (c) 10wt% PA, (d) 15wt% PA, dan (e) 20wt% PA

Campuran termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* ditambahkan katalis organologam Sn-kompleks dan diaduk hingga distribusi pencampuran merata. Penambahan katalis Sn-kompleks bertujuan untuk mengaktifkan gugus –OR pada RTV *silicone rubber* sehingga dapat berikatan dan membentuk polimer. Setelah dilakukan pengadukan, material dengan maupun tanpa penambahan tertentu RTV *silicone rubber* dimasukkan ke dalam oven dan dipanaskan pada temperatur 200°C selama 1 jam. Pemilihan temperatur *curing* pada 200°C didasarkan pada diagram TTT termoset epoksi termodifikasi rubber (Gambar 2.39) yang dikemukakan oleh Aronhime dan Gillham, 1986. Dari Gambar 2.39 dapat dilihat bahwa temperatur  $T_{g\infty}$  berada pada rentang 150 – 200°C. Dengan penambahan *rubber*, maka  $T_{cure}$  maksimum terdapat pada temperatur 200°C. Penelitian terdahulu juga telah memberikan parameter temperatur *completion curing* pada rentang antara 140 – 240°C (Ming, 2008). Gambar 2.40 menunjukkan diagram TTT dari resin epoksi murni. Pemilihan temperatur *cure* ( $T_{cure}$ ) harus berada diatas temperatur transisi

gelas ( $T_g$ ) dan di bawah temperatur degradasi ( $T_d$ ), atau dengan kata lain  $T_d > T_{cure} > T_g$ . Data temperatur hasil TGA ketika mengalami degradasi yang diperoleh juga menentukan temperatur yang dipilih. Dari hasil TGA (Tabel 4.7) menunjukkan  $T_d > 250^\circ\text{C}$  sehingga pemanasan temperatur sampai  $200^\circ\text{C}$  masih stabil untuk termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Peneliti juga telah melakukan uji pendahuluan (lampiran 11) berupa pengujian mekanik terhadap termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* pada temperatur pemanasan yang berbeda-beda dan memperoleh hasil bahwa kekuatan tarik maksimum berada pada temperatur  $200^\circ\text{C}$ . Waktu pemanasan 1 jam dianggap telah cukup untuk mengalami *completing curing*. Hal ini didasarkan pada rentang diagram TTT yaitu dari 5 – 100 menit. Soni (1991) melakukan proses *curing* pada temperatur  $180^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

Selain menggunakan RTV *silicone rubber*, penelitian ini juga menggunakan *phthalic anhydride* (PA) sebagai material tambahan pengganti RTV *silicone rubber*. Sintesis Epoksi/PAA/PA dilakukan dengan cara mencampurkan PAA dengan larutan 10% PA dalam pelarut aseton. Seperti sintesis menggunakan RTV *silicone rubber*, perbandingan antara Epoksi/PAA dibuat konstan (60/40). Campuran PAA/PA kemudian diaduk dengan pengadukan manual pada temperatur ruang, 5 menit. Terjadi reaksi eksotermik antara PAA dan PA ketika diaduk dan panas yang dihasilkan semakin tinggi dengan bertambahnya penambahan larutan PA dalam PAA. Temperatur reaksi eksotermik berkisar antara  $39 - 50^\circ\text{C}$ . Penambahan wt% larutan PA meningkatkan temperatur campuran. Perubahan temperatur mengindikasikan terjadinya reaksi kimia secara spontanitas antara PAA dan PA. Campuran PA dan PAA yang terbentuk kemudian ditambahkan ke dalam resin epoksi (60wt% dari total wt%) dan diaduk.

Setelah pencampuran terdistribusi secara merata, spesimen kemudian dimasukkan ke dalam oven dan diberikan pemanasan bertahap mulai dari  $50^\circ\text{C}$  selama 2 jam, kemudian pemanasan dinaikkan menjadi  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah itu temperatur oven dinaikkan menjadi  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam dan dinaikkan lagi menjadi  $140^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Pemanasan bertahap yang diberikan didasarkan pada TTT-*cure diagram of an Anhydride-cured Epoxy system* yang teliti oleh Teil

(2004). Kurva diagram TTT *anhydride-cured epoxy* dapat dilihat pada Gambar 2.41.

Saat dipanaskan pada temperatur 50°C selama 120 menit, spesimen masih berada dalam kondisi liquid. Tujuan pemanasan pada temperatur ini adalah untuk mengeluarkan pelarut aseton secara perlahan agar tidak mengganggu reaksi lanjutan saat pembentukan termoset. Pemanasan 70°C selama 60 menit untuk mengeluarkan pelarut aseton yang berada dalam fase gelatin. Pemanasan lanjutan pada 100°C selama 60 menit untuk mencapai titik vitrifikasi dan mengeluarkan sisa-sisa pelarut aseton yang masih terjebak sebelum terjadi curing secara sempurna. Penambahan temperatur 140°C selama 60 menit bertujuan untuk mencapai titik  $T_{cure}$  dimana spesimen telah *curing* sempurna. Temperatur 140°C pada penelitian ini dianggap sebagai temperatur *curing* maksimum. Hal ini didasarkan pada diagram TTT dan juga karena peningkatan temperatur diatas temperatur 140°C menyebabkan spesimen akan terdegradasi. Hal ini dapat dilihat pada data hasil TGA (Tabel 4.6).

### 3.4 Pengujian

#### 3.4.1 Pengujian Mekanik

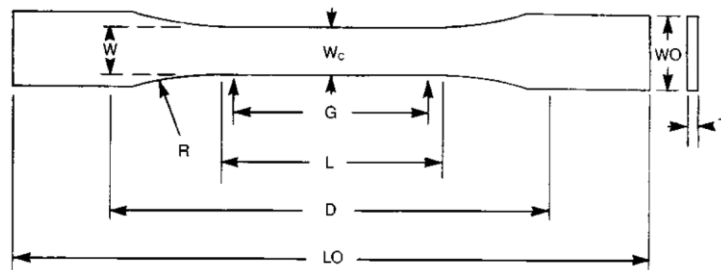
##### 3.4.1.1 Uji Tarik

Uji tarik merupakan salah satu pengujian yang dilakukan pada material untuk mengetahui karakteristik dan sifat mekanik material terutama kekuatan dan ketahanan terhadap beban tarik. Prinsip kerja uji tarik adalah spesimen diberi beban tarik hingga putus kemudian selama proses penarikan berlangsung diamati kejadian-kejadian yang berlangsung pada benda tersebut.



Gambar 3.22 Alat uji Tarik

Gambar 3.22 menunjukkan alat uji tarik yang digunakan. Alat yang digunakan adalah Autograph Shimadzu dengan kapasitas 100 kN, *crosshead speed* sebesar 10 mm/min. Pengujian tarik dilakukan dengan ukuran spesimen mengikuti standar ASTM D 638 tipe I.



Gambar 3.23 Model spesimen tarik tipe 1

Tabel 3.1 Ukuran dan toleransi spesimen tarik tipe 1

Dimensi	Type I, mm	Toleransi
W, lebar dari bagian yang sempit	13	$\pm 0,5$
L, panjang dari bagian yang sempit	57	$\pm 0,5$
W <sub>0</sub> , lebar keseluruhan	19	+ 6,4
L <sub>0</sub> , panjang keseluruhan	165	No max
G, panjang gage	50	$\pm 0,25$
D, jarak antara grip	115	$\pm 5$
R, radius dari fillet	76	$\pm 1$
T, tebal	3,2	$\pm 0,4$

#### 3.4.1.2 Uji Kekerasan

Kekerasan adalah ketahanan suatu material terhadap deformasi pada daerah lokal dan permukaan material. Pengukuran terhadap kekerasan menggunakan standar prosedur ASTM D 785-03 dengan cara melakukan indentasi (penekanan). Pengujian kekerasan dengan metode indentasi yaitu dengan cara mengukur ketahanan suatu material terhadap gaya tekan yang diberikan oleh indenter dengan memperhatikan besar beban yang diberikan dan besar indentasi. Alat uji yang digunakan adalah durometer Shore D hardness test (Gambar 3. 24).



Gambar 3.24 Durometer Shore D Hardness Tester

Gambar 3.24 menunjukkan alat durometer shore D yang diperoleh dari PT. Kawan Lama Sejahtera. Alat ini dikhususkan pada padatan polimer termoplastik dan termoset.

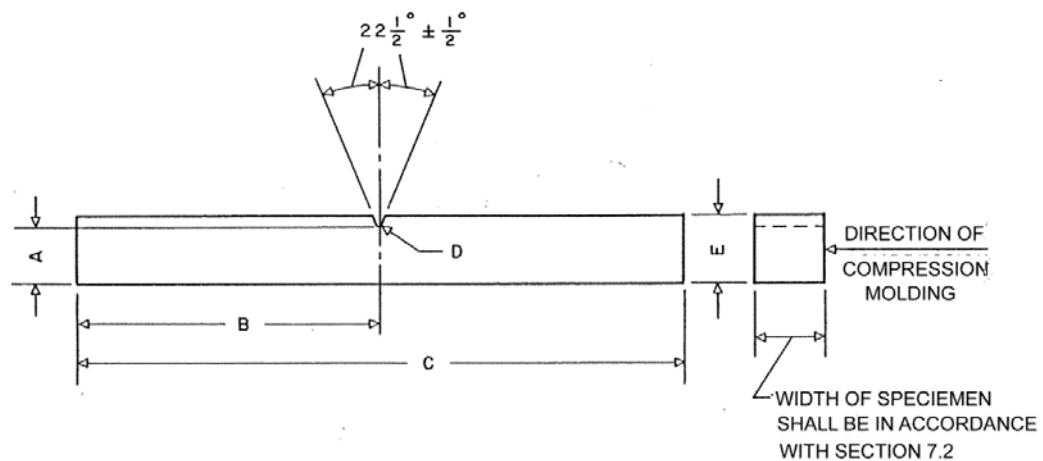
#### 3.4.1.3 Uji Impak (JIS Z 2242)

Uji impak adalah pengujian dengan menggunakan pembebanan yang cepat (*rapid loading*). Dalam Pengujian Mekanik, terdapat perbedaan dalam pemberian jenis beban kepada material. Uji tarik, uji tekan, dan uji punter adalah pengujian yang menggunakan beban statik. Sedangkan uji impak (*fatigue*) menggunakan jenis beban dinamik. Pada uji impak, digunakan pembebanan yang cepat (*rapid loading*). Perbedaan dari pembebanan jenis ini dapat dilihat pada *strain rate*. Pada pembebanan cepat atau disebut dengan beban impak, terjadi proses penyerapan energi yang besar dari energi kinetik suatu beban yang menumbuk ke spesimen. Proses penyerapan energi ini, akan diubah dalam berbagai respon material seperti deformasi plastis, efek histerisis, gesekan, dan efek inersia. Alat uji impak dapat dilihat pada Gambar 3.25. Dimensi spesimen uji impak untuk tipe charpy dapat dilihat pada Gambar 3.26.



Gambar 3.25 Alat uji impak





Gambar 3.26 Model spesimen impak tipe *charpy*

Tabel 3.2 Ukuran dan toleransi uji impak tipe *charpy*

Dimensi	Tipe Charpy
A, mm	$10,16 \pm 0,05$
B, mm	63,5 max, 61,0 min
C, mm	127,0 max, 124,5 min
D, mm	$0,25R \pm 0,05$
E, mm	$12,70 \pm 0,15$

### 3.4.2 Pengujian Termal

Pengujian termal yang dilakukan pada penelitian ini berupa pengujian TGA. *Thermogravimetric Analysis* (TGA) adalah teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. Hasilnya biasanya berupa rekaman diagram yang kontinu; reaksi dekomposisi satu tahap yang skematik. Termogravimetri gravimetri analisis atau termal (TGA) juga dapat didefinisikan sebagai jenis pengujian yang dilakukan pada sampel untuk menentukan perubahan berat-susut (*weight-loss*) dalam kaitannya dengan perubahan suhu. Analisa tersebut bergantung pada tingkat presisi yang tinggi dalam tiga pengukuran: berat, suhu, dan perubahan suhu. Seperti jumlah kehilangan berat-susut (*weight-loss*) terlihat pada kurva, kurva berat-susut (*weight-loss*) mungkin memerlukan transformasi sebelum hasilnya dapat ditafsirkan. Kurva derivatif kehilangan berat-susut (*weight-loss*) dapat digunakan untuk memberitahu titik di mana berat-susut (*weight-loss*) paling jelas. Mungkin diperlukan Interpretasi



terbatas tanpa modifikasi lebih lanjut dan dekonvolusi dari puncak *overlapping*. Alat uji TGA dapat dilihat pada Gambar 3.27.



Gambar 3.27 Alat uji TGA

TGA yang digunakan adalah Mettler Toledo, Gas Controller GC 200 STAR<sup>e</sup> system.

### 3.4.3 Pengujian Mikro, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia

#### 3.4.3.1 *Scanning Electron Microscope* (SEM)

SEM (*Scanning Elektron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Prinsip kerja dari SEM ini adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detector yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang dianalisis. Selain itu juga dapat menentukan lokasi berkas elektron yang berintensitas tertinggi itu.



Gambar 3.28 Alat Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

#### 3.4.3.2 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR)

Spektroskopi FTIR adalah teknik pengukuran untuk mengumpulkan spectrum infra merah. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar infra merah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer. Sinar pengukuran sampel diubah menjadi interferogram. Mekanisme kerja FTIR yaitu sinar yang datang dari sumber sinar akan diteruskan, dan kemudian akan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Sinar ini kemudian dipantulkan oleh dua cermin yaitu cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan kedua cermin akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi.



Gambar 3.29 Alat uji FTIR *spectrometer*

Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju cuplikan dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan menyebabkan sinar yang sampai pada detektor akan berfluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor, dan akan saling melemahkan jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada detektor ini akan menghasilkan sinyal pada detektor yang disebut interferogram. Interferogram ini akan diubah menjadi spectra IR dengan bantuan komputer berdasarkan operasi matematika. FTIR *spectrometer* yang digunakan diperoleh dari PT. Berca Niaga Medica dengan tipe Thermo scientific Nicolet iS10.

#### 3.4.3.3 Spektroskopi NMR

Spektroskopi NMR mengandung muatan listrik yang pejal dan rumit, dimana kita harus menentukan elemen dasar. Kita harus ingat bahwa kita berhubungan dengan *intense magnetic field* (lading magnet yang kuat) yang dibutuhkan sangat besar, suplai tenaga dengan kontrol yang teliti, dan ketelitian kontrol frekuensi. Di tahun 1924, Pauli menduga bahwa inti atom mempunyai sifat spin dan momen magnetik. Bila inti diletakan dalam medan magnet, tingkat-tingkat energinya akan terurai. Bloch dan Purcell menunjukkan bahwa inti mengabsorpsi radiasi elektromagnetik pada medan magnet yang lebih kuat karena tingkat energi menginduksi gaya magnet.

Setiap inti dikelilingi oleh awan elektron yang selalu bergerak pada pengaruh medan magnet, elektron ini dipaksa bersirkulasi sedemikian rupa dalam usaha melawan medan magnet ini. Akibatnya, ini seakan-akan mendapat efek perlindungan (*shielding*) terhadap medan magnet luar. Dengan kata lain kuat medan atau frekwensi medan magnet harus ditambah agar inti dapat mengalami resonansi. Caranya yaitu dengan mengatur medan magnet melalui aliran arus searah yang akan menghasilkan sapuan (*sweeping*) pada periode yang sempit. Banyaknya medan tiang ditambahkan dapat dikonversikan menjadi frekuensinya yang ekuivalen.

Nilai pergeseran kimia tergantung pada lingkungan kimia suatu proton, sedang lingkungan lingkungan kimia suatu proton tergantung pada besar kecilnya efek perlindungan oleh elektron-elektron di lingkungan proton tersebut. Pergeseran

kimia diukur dalam besaran medan atau frekuensi. Perbandingan perubahan frekuensi yang diperlukan terhadap frekuensi standar, dinyatakan dalam  $\delta$  ppm. Standar yang digunakan adalah zat yang protonnya mempunyai perlindungan sebesar mungkin untuk memudahkan perbandingan. Makin besar nilai  $\delta$ , makin besar medan yang diperlukan untuk mengkompensasinya agar terjadi resonansi. Harga  $\delta$  dipengaruhi juga, diantaranya pelarut dan adanya jembatan hydrogen. Pergeseran kimia digunakan untuk identifikasi gugus fungsi dan dapat digunakan sebagai penolong untuk menentukan letak suatu gugus dalam penentuan stuktur molekul. Spektrofotometer NMR yang digunakan pada penelitian ini adalah Varian VNMR-500 MHz.



Gambar 3.30 Spektrofotometer NMR

### **3.4.4 Pengujian Sifat Fisik dan Kimia**

#### **3.4.4.1 Pengukuran Resin Epoksi Equivalent Weight dan Equivalent Weight dari Amina**

Pengukuran EEW dan EW dari amina berdasarkan ASTM D 1652 dan D 2074. Prosedur penentuan EEW dan EW dari amina dapat dilihat pada lampiran 1.

#### **3.4.4.2 Pengukuran *Swell Ratio***

Untuk melakukan pengukuran *swell ratio* pada material polimer dapat menggunakan ASTM D 2765-01 metode C. Prosedur pengukuran dapat dilihat pada lampiran 2.

#### 3.4.4.3 Pengukuran *chemical resistance*

Prosedur pengukuran *chemical resistance* sebagai berikut (ASTM D 543-95): Sampel yang telah kering (4-5 gram) dicelupkan dalam 10% NaOH dan 10% HCl secara berturut-turut (tes NaOH dan HCl terpisah), dan dibiarkan pada 25°C selama 72 jam. Sampel dicuci dan di vakum kering selama 24 jam pada 120°C. Residu powder dikeringkan dengan pemanasan dibawah vakum dan fraksi yang tidak larut dan kering dihitung dengan persamaan  $(W_1/W_0) \times 100\%$ , dimana  $W_0$  dan  $W_1$  secara berturut-turut adalah berat awal dan berat residu sampel.

#### 3.4.4.4 Pengujian Penyerapan air

Pengujian penyerapan air menggunakan standar ASTM D 570-98. Prosedur pengukuran dapat dilihat pada lampiran 3.

### 3.5 Uji Statistik: Variance dan Standard Error

Penentuan *variance* dan *standard error* (SE) bertujuan untuk menentukan keakuratan data dari sampel yang dipilih dan diuji. Semakin kecil nilai SE, maka semakin mengindikasikan sampling yang bagus. Secara umum SE adalah standar deviasi dari rata-rata sampel.

$$\text{Variance} = s^2 = \frac{\sum(x-\bar{x})^2}{(n-1)} \dots\dots\dots (3.1)$$

$$\text{Standard deviasi} = s = \sqrt{s^2} \dots\dots\dots (3.2)$$

$$\text{Standard error} = SE = \sqrt{\frac{s^2}{n}} \dots\dots\dots (3.3)$$

Penentuan *standard error* digunakan oleh peneliti untuk menentukan nilai penyimpangan pada masing-masing data hasil pengujian.


## BAB 4

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

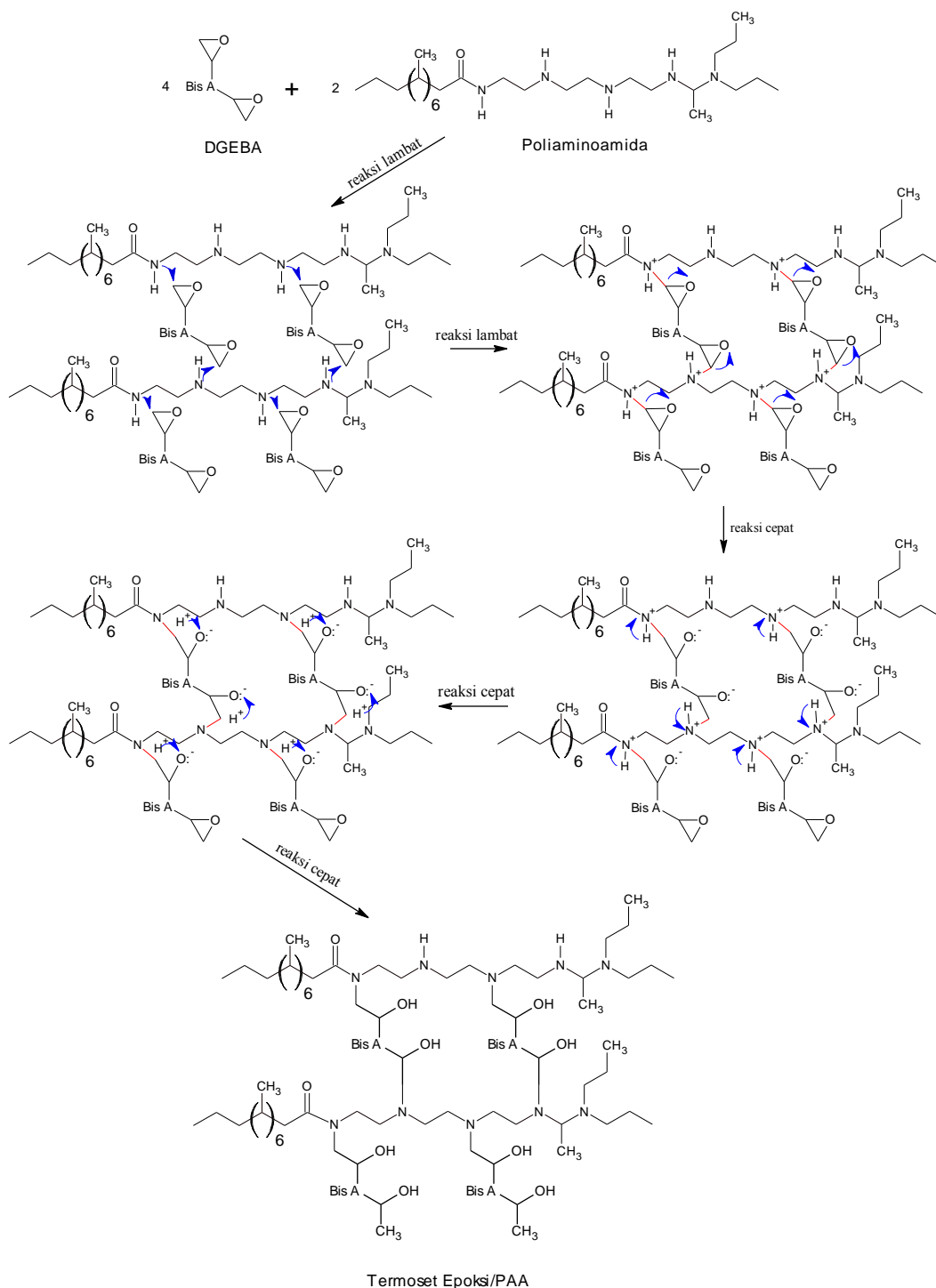
#### 4.1 Proses Sintesis

##### 4.1.1 Sintesis Termoset Epoksi/Poliaminoamida/RTV *silicone rubber*

Proses pencampuran dan pemanasan antara resin epoksi, poliaminoamida sebagai *curing agents*, RTV *silicone rubber* dan katalis Sn-kompleks menyebabkan terbentuknya dua fase pemisahan yaitu fase *crosslink network* epoksi/PAA dan elastomer RTV *silicone rubber*. Penggabungan antara termoset tersebut membentuk polimer *blend*. Fase *crosslink network copolymer* epoksi/PAA terjadi berdasarkan reaksi substitusi nukleofilik antara oligomer epoksi yang memiliki gugus epoksida dan oligomer poliaminoamida yang mengandung atom hidrogen aktif. Gambar 4.1 menunjukkan reaksi yang terjadi antara epoksi jenis DGEBA dengan poliaminoamida.

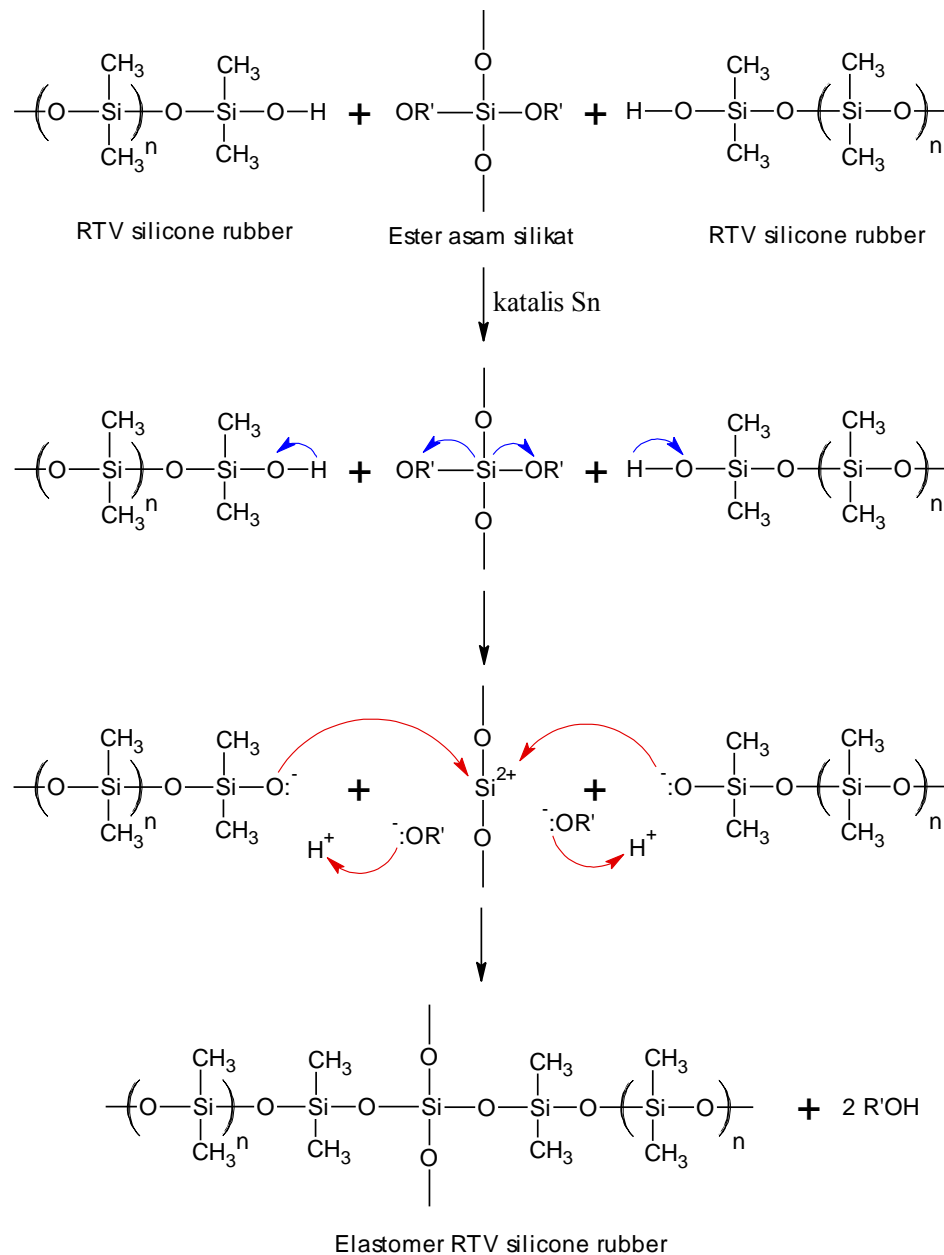
Dari Gambar 4.1 dapat dilihat adanya pemutusan ikatan pada masing-masing material. Pada material oligomer resin epoksi, gugus epoksida yang berupa rantai siklik  mengalami pemutusan ikatan antara C – O. Putusnya ikatan kovalen C-O disebabkan karena pengaruh temperatur dan gugus fungsi N-H sekunder pada poliaminoamida yang menyerang dan kemudian berikatan dengan C dari cincin epoksida dan membentuk  $R_2HN^+ - C$  sehingga merangsang terjadi reaksi pemutusan ikatan C-O siklik membentuk  $O^-$  yang tidak stabil. Ketidakstabilan gugus  $R_2HN^+ - C$  menyebabkan atom hidrogen putus dan terlepas menjadi  $H^+$  yang kemudian ditangkap oleh  $O^-$  dari gugus sekunder C –  $O^-$  yang juga tidak stabil membentuk C – OH. Proses ini berlangsung terus menerus sampai salah satu dari material tersebut habis bereaksi. Dalam hal ini poliaminoamida sering disebut sebagai *co-reactant* atau *compatibilizer* dan polimer yang terbentuk biasanya disebut *co-reacted polymer*. Pembentukan ikatan dan pemutusan ikatan kovalen dari termoset epoksi/PAA dapat dilihat dari spektrum IR termoset epoksi/PAA pada Gambar 4.16 dan 4.17. Gambar 4.16 dan 4.17 menunjukkan terbentuknya gugus fungsi baru atau hilangnya gugus fungsi dari *reactant*. Gugus fungsi yang terbentuk terutama ikatan C – N. Adapun gugus fungsi yang hilang atau

berkurang seperti gugus epoksida yang hilang dan membentuk gugus alkohol (C-OH). Gugus lain yang berkurang adalah gugus amina sekunder (N-H) karena telah membentuk amina tersier.



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi pembentukan termoset epoksi/PAA

Berdasarkan analisis tersebut, maka disimpulkan bahwa terjadi reaksi kimia antara resin epoksi dan poliaminoamida membentuk senyawa polimer baru (bisa berupa kopolimer). Fase kedua yaitu fase elastomer dimana terdapat RTV *silicone rubber*. Tidak seperti epoksi/PAA, RTV *silicone rubber* tidak mengalami reaksi kimia dengan epoksi maupun PAA. Ikatan yang terbentuk berupa ikatan antarmuka antara RTV *silicone rubber* dengan epoksi/PAA.



Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pembentukan elastomer RTV *silicone rubber*



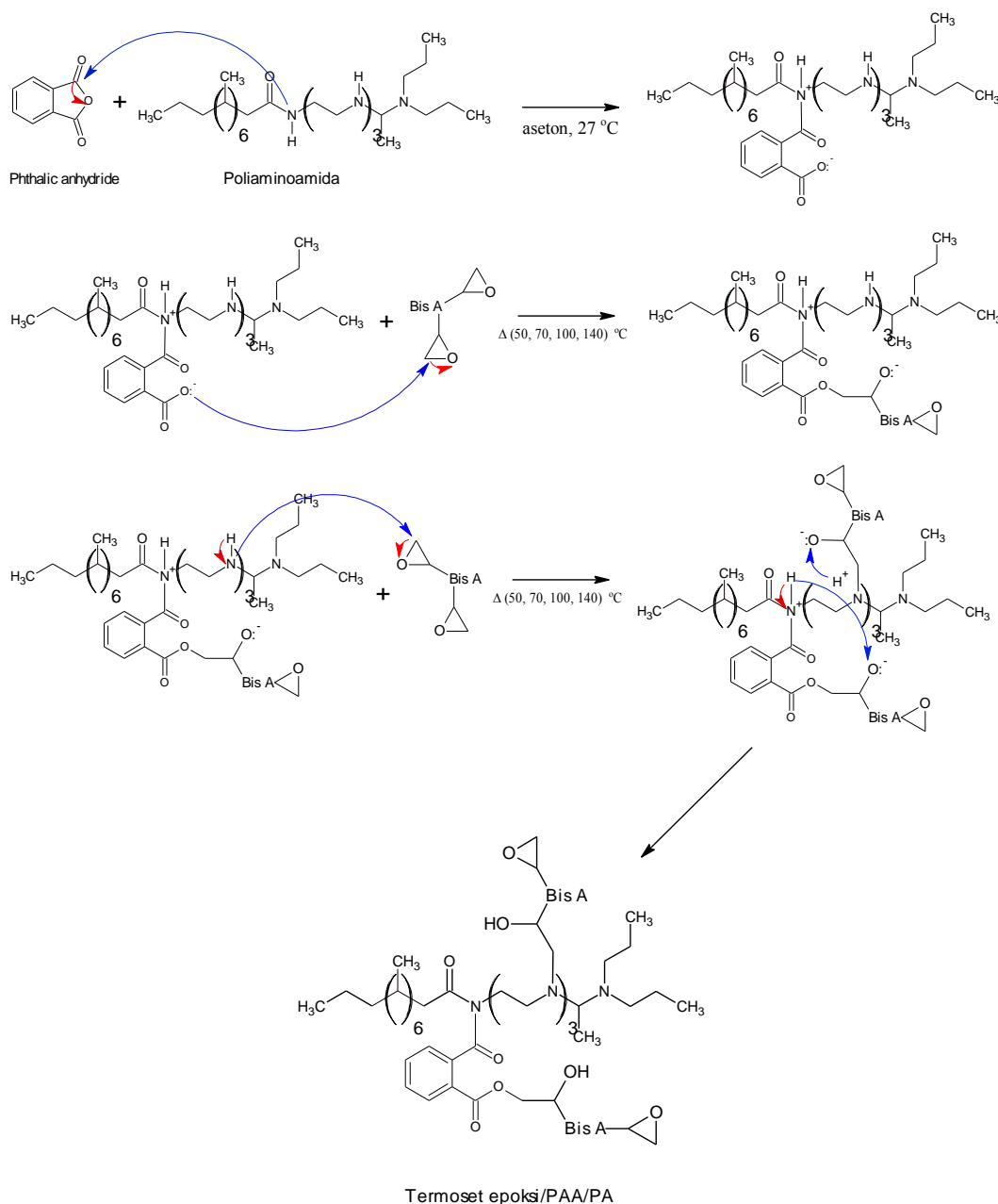
Pada antarmuka, RTV *silicone rubber* bereaksi dengan dirinya sendiri membentuk *crosslinking* dan bereaksi dengan termoset epoksi/PAA membentuk *interlocking* secara mekanik dengan jalan yang sulit terpisahkan. Fenomena interdifusi dan *semi-inter-penetrating network* (IPN) terjadi di wilayah antarmuka (Materne, 2012). Penambahan katalis Sn-kompleks oleh peneliti dimaksudkan agar terjadi reaksi kondensasi pada oligomer RTV *silicone rubber* dengan *crosslinker* ester asam silikat membentuk elastomer. Mekanisme proses kondensasi pembentukan RTV *silicone rubber* menjadi elastomer dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Dari Gambar 4.2 dapat dilihat reaksi kondensasi antara oligomer RTV *silicone rubber* dengan *crosslinker* ester asam silikat dimana organometalik Sn-kompleks berfungsi sebagai katalis yang mempercepat dan membantu terputusnya gugus fungsi pada masing-masing komponen. Pada RTV *silicone rubber*, atom hidrogen pada gugus OH terputus dan keluar sebagai  $H^+$  dan yang tersisa adalah  $Si-O^-$ . Pada asam silikat gugus  $OR'$  putus dan membawa elektron menjadi  $^-OR'$  dan meninggalkan Sn menjadi  $Sn^{2+}$ . Anion  $O^-$  pada  $Si-O$  yang kelebihan elektrom akan menyerang  $Si^{2+}$  yang kekurangan elektron dan membentuk  $Si-O-Si$ . Sedangkan  $H^+$  akan diikat oleh  $^-OR'$  menjadi  $R'OH$  yang stabil. Reaksi terjadi terus menerus sampai tercapai kestabilan dan membentuk elastomer RTV *silicone rubber*. Fase pemisahan dapat dilihat pada morfologi hasil karakterisasi SEM pada Gambar 4.18.

#### 4.1.2 Sintesis Termoset Epoksi/Poli aminoamida/*Phthalic Anhydride*

Pencampuran antara epoksi/PAA/PA dengan tambahan pelarut aseton menyebabkan terbentuknya dua fase yang homogen. Fase pertama adalah *crosslink network* antara epoksi/PAA/PA yang terbentuk. Gambar 4.3 menunjukkan mekanisme reaksi pembentukan termoset epoksi/PAA/PA. Dari Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa *phthalic anhydride* yang terlarut dalam aseton akan mengalami pemutusan ikatan  $C-O$  ketika ditambahkan poliaminoamida dan elektron akan berpindah pada atom oksigen yang lebih elektronegatif menjadi  $O^-$ . Anhidrida pada PA bersifat reaktif terhadap gugus amida pada PAA. Ikatan  $N-H$  pada amina sekunder akan membentuk amida zwitterion intermedat dan akan mengikat  $C^*$

pada anhidrida. Gugus fungsi C-O:⁻ pada bagian anhidrida yang lain menjadi tidak stabil dan berupaya menstabilkan diri. Ketika ditambahkan epoksi, maka cincin epoksida akan terputus menjadi -CH₂\* dan C-O:⁻.



Gambar 4.3 Mekanisme reaksi pembentukan termoset epoksi/PAA/PA

Gugus -CH₂\* dari cincin epoksida yang terbuka akan berikatan dengan atom O pada C – O:⁻ anhidrida yang tidak stabil dan pemberian temperatur menyebabkan

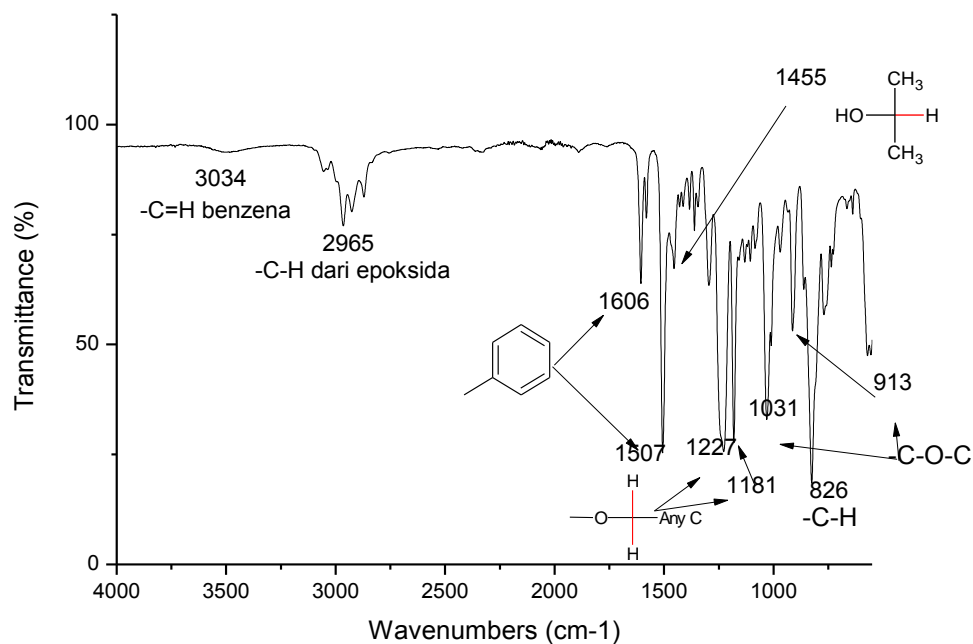
reaksi menjadi lebih cepat. Karena jumlah PA yang diberikan sedikit, maka gugus epoksida yang lain akan berikatan langsung dengan PAA membentuk ikatan *crosslink*. Pembentukan dan pemutusan ikatan kovalen dapat dilihat dari perubahan intensitas *peak* pada spektrum IR (Gambar 4.21). Fase kedua adalah fase gelatin yaitu fase dimana tidak terjadi ikatan *crosslink network* dan hanya terbentuk material liquid yang sangat *viscous*. Morfologi termoset epoksi/PAA/PA dapat dilihat pada hasil SEM (Gambar 4.20).

## 4.2 Hasil Pengujian Morfologi, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia

Pengujian morfologi, karakterisasi dan identifikasi struktur kimia dilakukan pada polimer termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* dan termoset epoksi/PAA/PA. Pengujian morfologi dilakukan dengan menggunakan alat SEM, karakterisasi dan identifikasi struktur kimia menggunakan FTIR dan NMR.

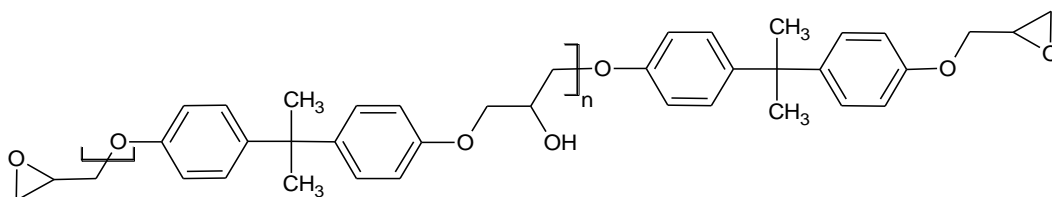
### 4.2.1 Hasil Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Material Dasar

Pengujian FTIR dilakukan pada senyawa utama seperti resin epoksi, resin poliaminoamida, resin RTV *silicone rubber*, dan *phthalic anhydride*. Pengujian FTIR pada ketiga material tersebut bertujuan untuk mengidentifikasi jenis dan golongan material berdasarkan gugus fungsi yang terbaca oleh spektrum IR. Identifikasi terhadap material kompleks dan baru seperti poliaminoamida membutuhkan pengujian tambahan berupa pengujian  $^1\text{H}$  NMR untuk lebih memastikan rumus struktur senyawa yang digunakan. Spektrum IR resin epoksi dapat dilihat pada Gambar 4.4. Gambar 4.4 menunjukkan *peak* dari beberapa bilangan gelombang pada spektrum IR resin epoksi. *Peak* pada  $3034\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan C=C dari gugus benzena. *Peak* pada  $2965\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan C-H alifatik dan dari cincin epoksida. Regangan ring benzena muncul pada *peak*  $1606$  dan  $1507\text{ cm}^{-1}$ . *Peak* pada  $1455\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya bending C-H. Regangan  $\text{CH}_2$  muncul pada *peak*  $1227$  dan  $1181\text{ cm}^{-1}$ . *Peak*  $1031$  dan  $913\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan C-O-C dan pada *peak*  $826\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya bending C-H. untuk lebih jelasnya bilangan gelombang dan jenis *peak* untuk resin epoksi dapat dilihat pada Tabel 4.1.



Gambar 4.4 Spektrum IR dari resin epoksi

Berdasarkan keterangan hasil pembacaan FTIR, maka dapat disimpulkan bahwa jenis epoksi yang digunakan dalam penelitian ini adalah epoksi jenis DGEBA dengan epiklorohidrin dan bisphenol A sebagai senyawa dasar pembentuknya. Struktur kimia senyawa epoksi jenis DGEBA dapat dilihat pada Gambar 4.5.

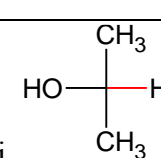
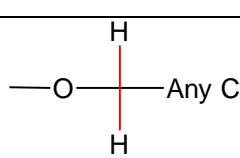


Gambar 4.5 Struktur kimia epoksi jenis DGEBA

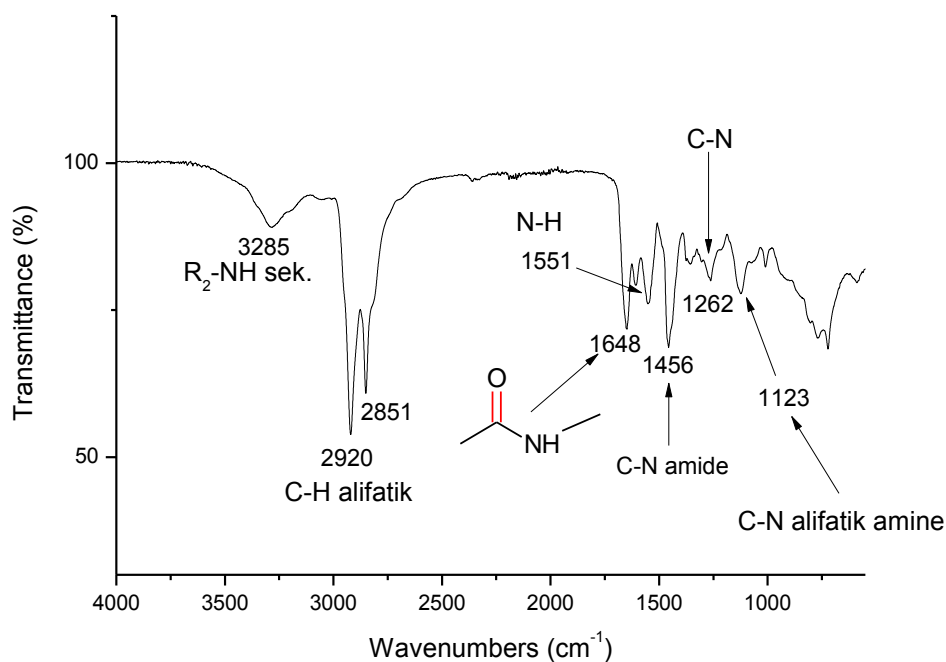
Gambar 4.5 menunjukkan struktur kimia dari epoksi jenis DGEBA. Dari Gambar 4.5 tampak adanya gugus epoksida (C-O-C siklik), gugus eter (C-O-C alifatik), gugus benzena (C=C aromatik) dan CH<sub>3</sub>. DGEBA merupakan salah satu

jenis resin epoksi yang dapat disintesis dari bisphenol A (mengandung gugus benzena) dan epiklorohidrin (mengandung gugus epoksida).

Tabel 4.1 Vibrasi Spektrum IR Resin Epoksi

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Jenis Gugus Fungsi
3034,25	Regangan C=CH (regangan benzena)
2965,08	Regangan C-H dari cincin epoksida
2926,21	
2870,85	Regangan C-H dari cincin epoksida
1606,08	Regangan ring benzena ( - C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> )
1581,02	
1506,68	
1454,98	<div style="text-align: center;">  </div> Bending ikatan C-H dari
1384,17	CH <sub>3</sub> umbrella mode, muncul juga di 2880-2995
1361,63	
1345,41	
1295,47	<div style="text-align: center;">  </div> CH <sub>2</sub> twisting dari gugus
1227,78	
1181,37	
1031,00	Regangan C-O-C dari gugus eter
1010,63	
970,05	Regangan simetris C-O-C
913,56	
825,80	Bending C-H (out of plane bending)
769,95	
638,64	Bending C=C dari benzena (ring in plane bending)

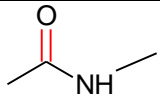
Analisis FTIR juga dilakukan pada resin poliaminoamida sebagai *curing agents* dari resin epoksi. Gambar 4.6 menunjukkan grafik FTIR dari resin poliaminoamida.

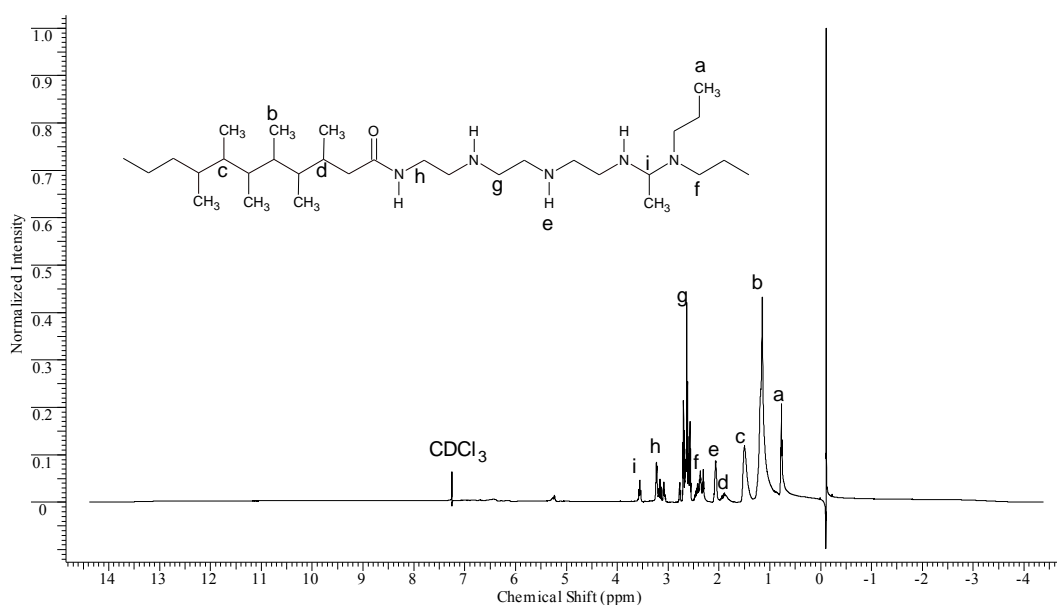


Gambar 4.6 Spektrum IR dari resin poliaminoamida

Gambar 4.6 menunjukkan adanya *peak* pada bilangan gelombang tertentu dari resin poliaminoamida. Regangan amina sekunder (R<sub>2</sub>-NH) muncul pada *peak* 3285 cm<sup>-1</sup>. *Peak* 2920 dan 2851 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan C-H alifatik. *Peak* 1648 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adalah regangan C=O dari gugus amino. *Peak* 1551 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan N-H dari gugus amina sekunder. *Peak* 1456 cm<sup>-1</sup> menunjukkan *scissoring* C-N amida. *Peak* 1262 cm<sup>-1</sup> yang muncul menunjukkan adanya regangan C-C dan juga regangan C-N dan *peak* pada 1123 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan C-N amina alifatik. Bilangan gelombang dan jenis ikatannya dapat dilihat pada Tabel 4.2. Karena poliaminoamida merupakan senyawa yang tidak diketahui struktur kimianya secara pasti, maka analisis untuk mengidentifikasi senyawa poliaminoamida dilanjutkan dengan menggunakan analisis <sup>1</sup>H NMR. Hasil spektrum <sup>1</sup>H NMR dari resin poliaminoamida dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Tabel 4.2 Vibrasi Spektrum IR Resin Poliaminoamida

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Jenis Gugus Fungsi
3284,82	Regangan amina sekunder R <sub>2</sub> -NH
3009,02	
2920,39	Regangan gugus -C-H alifatik
2850,67	
1648,12	Regangan C=O dari gugus amino 
1607,23	
1551,39	Regangan N-H dari ikatan R <sub>2</sub> N-H sekunder
1456,44	Scissoring C-N (amide CH <sub>3</sub> NHCO-) medium
1356,25	Regangan C-N dari gugus -C-NH-
1262,43	Regangan -C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> dan regangan C-N
1123,33	Stretching aliphatic amine C-N
722,04	N-H wag (primary and secondary amines)



Gambar 4.7 Spektrum <sup>1</sup>H NMR dari resin poliaminoamida

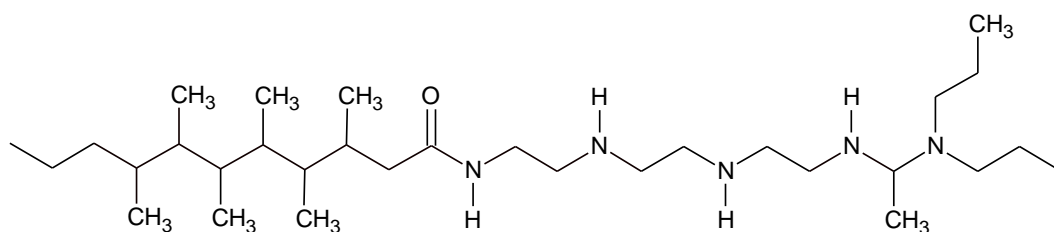
Gambar 4.7 menunjukkan hasil spektrum resin poliaminoamida menggunakan spektrofotometer <sup>1</sup>H NMR. Pelarut yang digunakan untuk melarutkan resin poliaminoamida adalah pelarut kloroform (CHCl<sub>3</sub>). Hasil spektrum menunjukkan: <sup>1</sup>H NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>) δ ppm 0.77, m, C – CH<sub>3</sub>,

6.11;  $\delta$  ppm 1.15, m, C(CH<sub>3</sub>) – C, 21.69;  $\delta$  ppm 1.50, s, NC – C – CH<sub>2</sub> – CH<sub>3</sub>, 6.30;  $\delta$  ppm 1.90, m, CH – CH<sub>2</sub> – CO, 1.19;  $\delta$  ppm 2.06, m, CH<sub>2</sub> – NH – CH<sub>2</sub>, 2.41;  $\delta$  ppm 2.37, m, CH – N – CH<sub>2</sub>, 3.54;  $\delta$  ppm 2.64, m, NH – CH<sub>2</sub> – CH<sub>2</sub> – NH, 8.69;  $\delta$  ppm 3.16, m, CO – NH – CH<sub>2</sub>, 3.08;  $\delta$  ppm 3,57, m, NH – CH(CH<sub>3</sub>) – NH, 0.99. untuk lebih jelasnya *chemical shift* dari poliaminoamida dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 *Chemical Shift* dari berbagai atom hidrogen dari resin poliaminoamida

<i>Chemical Shift</i> (ppm)	Atom Hidrogen
0,77	C – CH <sub>3</sub>
1,15	C(CH <sub>3</sub> ) – C
1,50	NC – C – CH <sub>2</sub> – CH <sub>3</sub>
1,90	CH – CH <sub>2</sub> – CO
2,06	CH <sub>2</sub> – NH – CH <sub>2</sub>
2,37	CH – N – CH <sub>2</sub>
2,64	NH – CH <sub>2</sub> – CH <sub>2</sub> – NH
3,16	CO – NH – CH <sub>2</sub>
3,57	NH – CH(CH <sub>3</sub> ) – NH

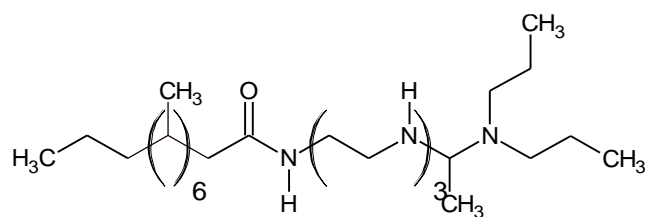
Berdasarkan analisa posisi *peak* pada ppm tertentu yang menetapkan jumlah H dan posisinya dalam ikatan dan gugus serta adanya dukungan dari hasil analisis FTIR, maka resin poliaminoamida yang dimaksud adalah suatu oligomer dengan gugus hidrogen aktif yang berikatan kovalen dengan atom nitrogen pada amina sekunder. Jumlah gugus hidrogen yang aktif sebanyak empat atom hidrogen. Struktur poliaminoamida yang dianalisis berdasarkan FTIR dan <sup>1</sup>H NMR dapat dilihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Struktur kimia dari resin poliaminoamida

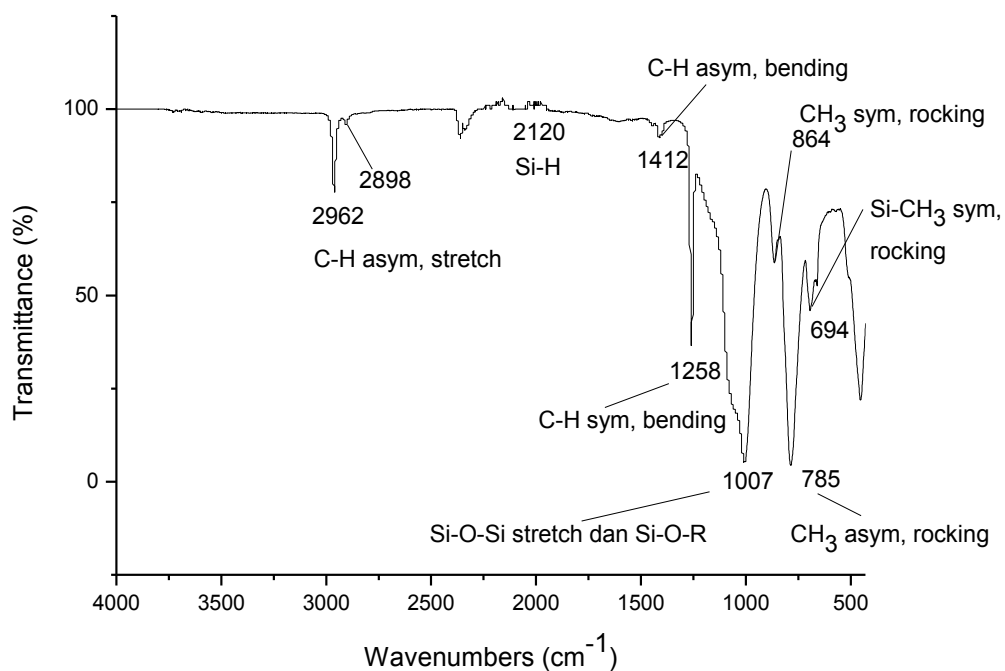


Berdasarkan Gambar 4.8 dapat kita lihat bahwa poliaminoamida merupakan suatu senyawa oligomer dengan gugus CH<sub>2</sub> dan NH yang berulang. Gugus amino dan amida memegang peranan penting bagi poliaminoamida untuk bereaksi dan membentuk *crosslink* dengan resin epoksi. Gambar 4.9 dapat disederhanakan dengan membuat indeks pada struktur yang berulang. Struktur kimia poliaminoamida yang lebih sederhana dapat dilihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Struktur kimia poliaminoamida yang berulang

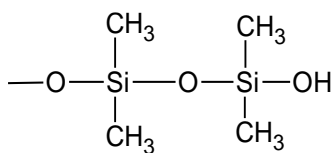
Berdasarkan Gambar 4.9 dapat kita lihat bahwa struktur poliaminoamida yang berulang terjadi pada gugus H<sub>2</sub>C-C(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub> dan gugus H<sub>2</sub>C-CH<sub>2</sub>-NH. Pengulangan gugus NH sekunder mempengaruhi reaksi kimia dan ikatan dengan resin epoksi yang akhirnya akan ikut mempengaruhi sifat mekanik, termal, fisik dan kimia dari termoset epoksi. Adapun spektra FTIR untuk resin RTV *silicone rubber* dapat dilihat pada Gambar 4.10. Gambar 4.10 menunjukkan spektrum IR dari resin RTV *silicone rubber*. *Peak* 2962 dan 2898 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan C-H asimetrik. Si-H dengan intensitas yang rendah muncul pada *peak* 2120 cm<sup>-1</sup>. *Peak* 1412 cm<sup>-1</sup> menunjukkkn adanya bending C-H asimetrik. *Peak* 1258 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya bending C-H simetrik. *Peak* 1007 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan Si-O-Si dan Si-O-R. *Peak* 864 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya *rocking* CH<sub>3</sub> simetrik. *Peak* 785 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya *rocking* CH<sub>3</sub> asimetrik dan pada *peak* 694 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya *rocking* Si-CH<sub>3</sub> simetrik. Bilangan gelombang dan jenis gugus fungsi secara lengkap dapat dilihat pada Tabel 4.4. Berdasarkan analisis FTIR tersebut, maka struktur kimia yang paling sesuai untuk RTV *silicone rubber* dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4.10 Spektrum IR dari RTV *silicone rubber*

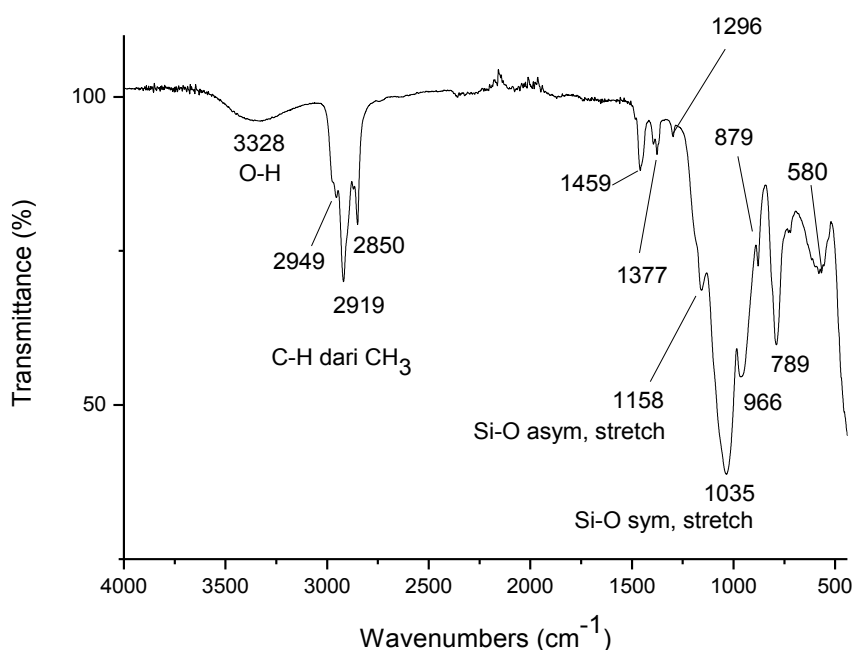
Tabel 4.4 Vibrasi Spektrum IR dari Oligomer RTV *silicone rubber*

Wavenumbers (cm <sup>-1</sup> )	Assigment
3372	O-H
2962	Regangan CH <sub>3</sub> asimetrik
2120	Si-H
1445,93	Bending CH <sub>3</sub> asimetrik
1412,18	
1257,96	Regangan Si-CH <sub>3</sub> dan bending CH <sub>3</sub> simetrik
1006,96	Regangan Si-O asimetrik
863,79	Rocking CH <sub>3</sub> simetrik
786,25	Regangan Si-C asimetrik dan rocking CH <sub>3</sub> asimetrik



Gambar 4.11 Struktur kimia dari resin RTV *silicone rubber*

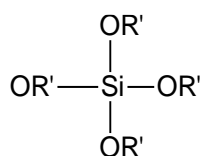
Gambar 4.11 menunjukkan struktur kimia dari oligomer RTV *silicone rubber* dengan pengulangan berada pada ikatan Si – O. *Crosslink* pada elastomer RTV *silicone rubber* berada pada posisi Si – O – R, dimana R dapat berupa atom hidrogen atau gugus alkil. R yang merupakan suatu hidrogen dapat membentuk *crosslink* melalui reaksi kondensasi dengan bantuan *crosslinker* (ester asam silikat) dan katalis organologam Sn-kompleks (dibutiltin dilaurat atau dibutiltin oktoat). *Crosslinker* RTV *silicone rubber* bercampur dengan katalis Sn-kompleks dan akan menjadi aktif ketika bertemu dengan resin RTV *silicone rubber*.



Gambar 4.12 Spektrum IR dari *Bluesil Catalyst*

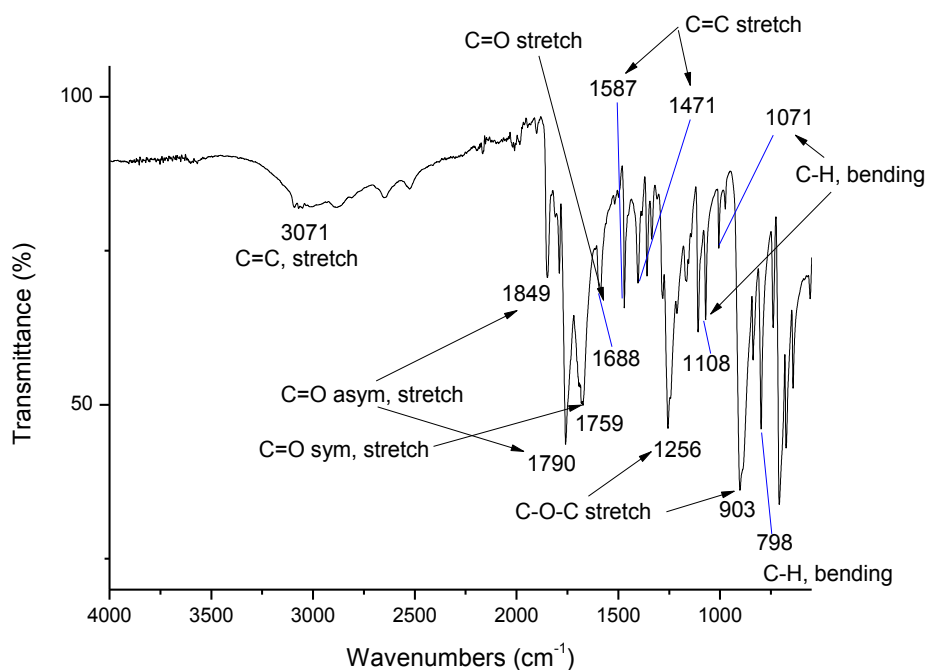
Selain pada RTV *silicone rubber*, pengujian FTIR juga dilakukan pada *bluesil catalyst* yang mengandung Sn-kompleks dan ester asam silikat. Analisis FTIR hanya difokuskan pada asam silikat. Spektrum IR dari bluesil katalis dapat dilihat pada Gambar 4.12. Gambar 4.12 menunjukkan spektrum IR dari *bluesil catalyst*. Berdasarkan penjelasan sebelumnya, pada larutan *bluesil catalyst* terdapat dua komponen utama yaitu katalis Sn-kompleks dan *crosslinker*. Adapun yang ingin dianalisis adalah struktur kimia dari *crosslinker*. Berdasarkan Gambar 4.12 dapat

dilihat adanya *peak*  $3328\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus O-H. Pada bilangan gelombang  $1158$  dan  $1035\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Si – O. Bilangan gelombang yang lain menunjukkan adanya katalis Sn-kompleks. Berdasarkan *peak* yang muncul, *crosslinker* yang dimaksud adalah ester asam silikat. Spesifikasi dari *bluesil catalyst* juga menjadi dasar yang kuat bahwa *crosslinker* yang dimaksud adalah asam silikat. Struktur kimia ester asam silikat dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Struktur kimia ester asam silikat

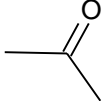


Gambar 4.13 menunjukkan struktur kimia ester asam silikat dimana Si berikatan dengan atom oksigen. R' bisa berupa alkil atau hidrogen. Si – OH akan melepaskan –OH dan akan berikatan dengan oligomer RTV *silicone rubber*. Spektrum untuk senyawa *phthalic anhydride* dapat dilihat pada Gambar 4.14.



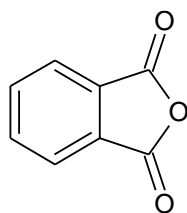
Gambar 4.14 Spektrum IR dari *Phthalic anhydride*

Gambar 4.14 menunjukkan spektrum IR dari senyawa *phthalic anhydride* yang digunakan sebagai *curing agents* termoset epoksi. Dari Gambar tersebut ditunjukkan adanya regangan C=C dari gugus benzena pada *peak* 3071  $\text{cm}^{-1}$ . *Peak* 1849 dan 1790  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan regangan C=O asimetrik. *Peak* 1759  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan C=O simetrik. *Peak* 1688  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan C=O dari gugus ester. *Peak* 1587 dan 1471  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan C=C dari gugus benzena. Regangan C-O-C ditandai dengan adanya *peak* pada 1256 dan 903  $\text{cm}^{-1}$ . Bending C-H yang muncul ditandai dengan adanya *peak* pada 1108, 1071  $\text{cm}^{-1}$ . Bending *out of plane* C-H ditandai dengan adanya *peak* pada 798  $\text{cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang dan jenis gugus fungsi dari *phthalic anhydride* dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Vibrasi Spektrum IR dari *Phthalic Anhydride*

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Jenis Gugus Fungsi
3070,99	Regangan C=C dari ring benzena
1848,51	Regangan C=O asimetris
1790,18	
1759,32	Regangan C=O simetris
1687,48	Regangan C=O dari 
1682,18	
1587,2	Regangan C=C dari ring benzena
1470,52	
1255,97	Regangan C-O-C dari 
1108,43	C-H in plane bending
1070,83	
902,58	Regangan C-O-C dari 
798,42	C-H out of plane bending
739,12	

Berdasarkan analisa pada pembacaan spektrum IR, maka struktur kimia *phthalic anhydride* yang paling sesuai seperti pada Gambar 4.15.

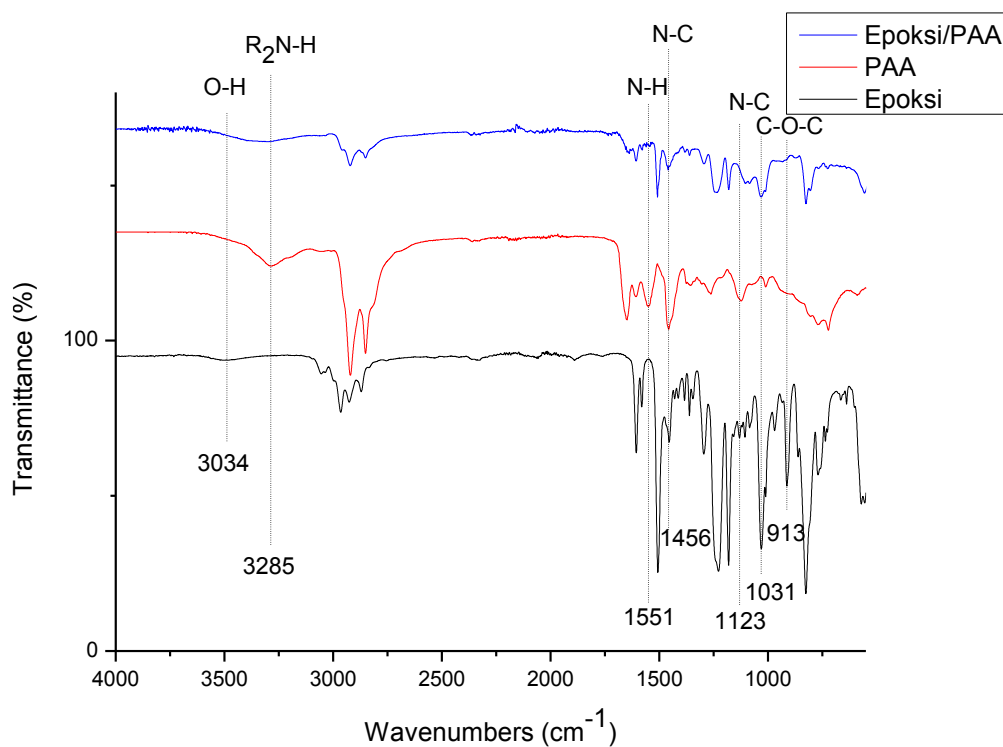


Gambar 4.15 Struktur kimia dari senyawa *phthalic anhydride*

Gambar 4.15 menunjukkan struktur kimia yang paling sesuai untuk *phthalic anhydride* berdasarkan analisis terhadap hasil FTIR. Dari gambar tersebut dapat dilihat adanya gugus benzena yang berikatan pada suatu anhidrida yang mengandung eter dan ester.

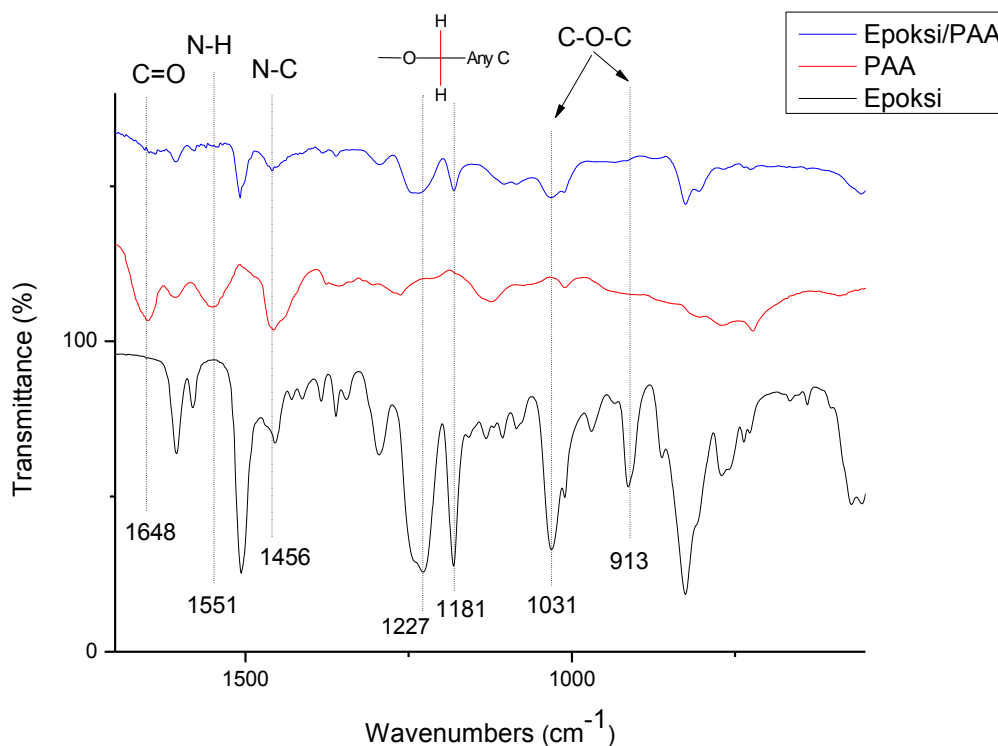
#### 4.2.2 Hasil Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Termoset Epoksi/Poliaminoamida

Identifikasi struktur kimia termoset epoksi/PAA menggunakan analisis spektra FTIR. Spektrum IR dari termoset epoksi/PAA dapat dilihat pada Gambar 4.16 dan 4.17.



Gambar 4.16 Spektrum IR dari epoksi, PAA dan termoset Epoksi/PAA

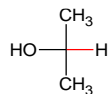
Gambar 4.16 menunjukkan hasil Spektrum IR dari epoksi, PAA dan termoset epoksi/PAA. Dari Gambar 4.16 dapat dilihat adanya perubahan jumlah *transmittance* dari setiap *peak* yang menandakan gugus fungsi. Pada *peak* sekitar  $3034\text{ cm}^{-1}$  terdapat gugus O-H yang muncul pada spektrum epoksi, namun tidak muncul pada spektrum PAA. Pada spektrum epoksi/PAA, terbentuk *peak* dalam jumlah kecil pada daerah sekitar  $3034\text{ cm}^{-1}$ . *Peak*  $3285\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi  $\text{R}_2\text{N-H}$  sekunder. Munculnya *peak*  $3285\text{ cm}^{-1}$  pada spektrum PAA dan intensitasnya menurun pada spektrum termoset epoksi/PAA. Untuk spektrum dari  $1700 - 550\text{ cm}^{-1}$  dapat dilihat pada Gambar 4.17.



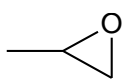
Gambar 4.17 Spektrum IR dari epoksi, PAA dan termoset Epoksi/PAA dari bilangan gelombang  $550 - 1700\text{ cm}^{-1}$

Dari Gambar 4.17 dapat dilihat *peak*  $1648\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus fungsi C=O. Gugus C=O muncul pada PAA dan Epoksi/PAA, namun tidak muncul pada epoksi. *Peak*  $1551\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus N-H yang muncul pada PAA, berkurang pada epoksi/PAA dan tidak muncul pada epoksi. Penurunan intensitas *peak* pada epoksi/PAA menandakan putusnya atom hidrogen pada N-H. Pada *peak*

1456  $\text{cm}^{-1}$  terdapat gugus C-N. Baik pada epoksi, PAA maupun epoksi/PAA terdapat *peak*, namun *peak* pada epoksi tidak mencirikan adanya gugus C-N namun



merupakan bending C-H dari C sekunder, yang berikatan kovalen dengan gugus OH. *Peak* 1227 dan 1181  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya *twisting* C-H<sub>2</sub> dimana C juga berikatan dengan O. *Peak* ini muncul pada epoksi dan epoksi/PAA, namun tidak muncul pada poliaminoamida. *Peak* 1031 dan 913  $\text{cm}^{-1}$  secara berturut-turut menunjukkan adanya regangan C-O-C dari gugus eter dan gugus epoksida siklik,



. Spektrum IR epoksi/PAA masih memunculkan regangan C-O-C (1031  $\text{cm}^{-1}$ ) namun *peak* untuk epoksida sudah menghilang. Hal berarti hampir semua C-O-C siklik epoksida telah putus dan membentuk rantai alifatik. Dapat disimpulkan bahwa terjadi reaksi kimia antara epoksi dan poliaminoamida.

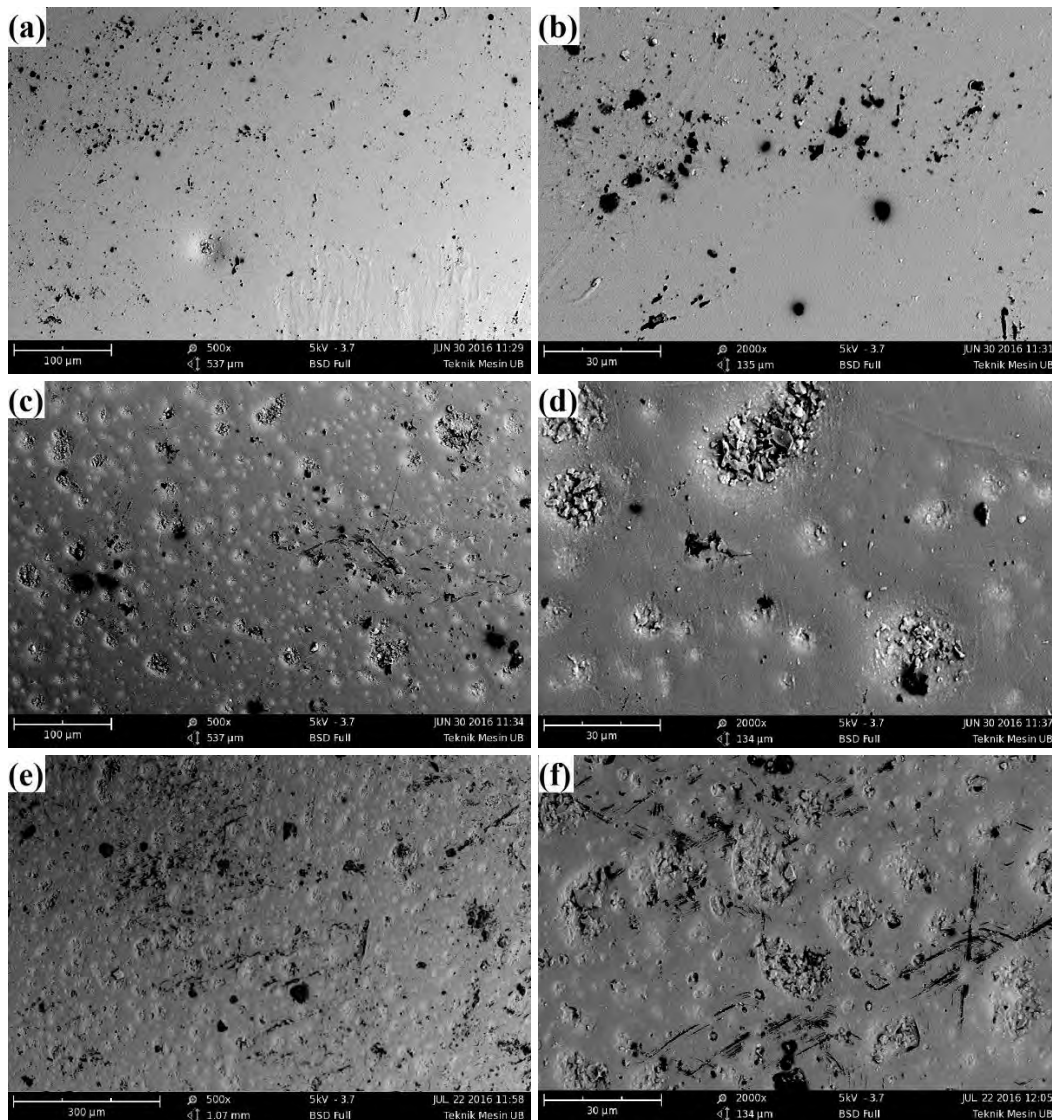
#### 4.2.3 Hasil Pengujian Mikro, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Termoset Epoksi/Poliaminoamida/RTV *silicone rubber*

Pengujian mikro dengan menggunakan SEM bertujuan untuk melihat struktur morfologi suatu material. Pengujian SEM dapat dijadikan salah satu rujukan menetapkan sifat material polimer apakah merupakan kopolimer, polimer blend atau komposit melalui morfologi yang muncul pada gambar SEM dari material yang diteliti. Karakterisasi material dianalisis menggunakan FTIR untuk melihat gugus fungsi dari suatu material. Adapun identifikasi struktur kimia menggunakan NMR.

##### 4.2.3.1 Hasil Uji *Scanning Electron Microscopy*

Termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yang telah *curing* diuji menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat struktur morfologi dari polimer termoset yang terbentuk. Hasil pengujian SEM dapat dilihat pada Gambar 4.18. Gambar 4.18 menunjukkan hasil SEM pada termoset epoksi/PAA murni (Gambar a dan b) dan termoset epoksi/PAA dengan penambahan 10 dan 20wt% RTV *silicone rubber* (c, d, e dan f).





Gambar 4.18 Mikrograf SEM penampang melintang dari termoset epoksi/PAA murni (a dan b), termoset epoksi/PAA/10wt% RTV *silicone rubber* (c dan d) dan termoset epoksi/PAA/15wt% RTV *silicone rubber* (e dan f)

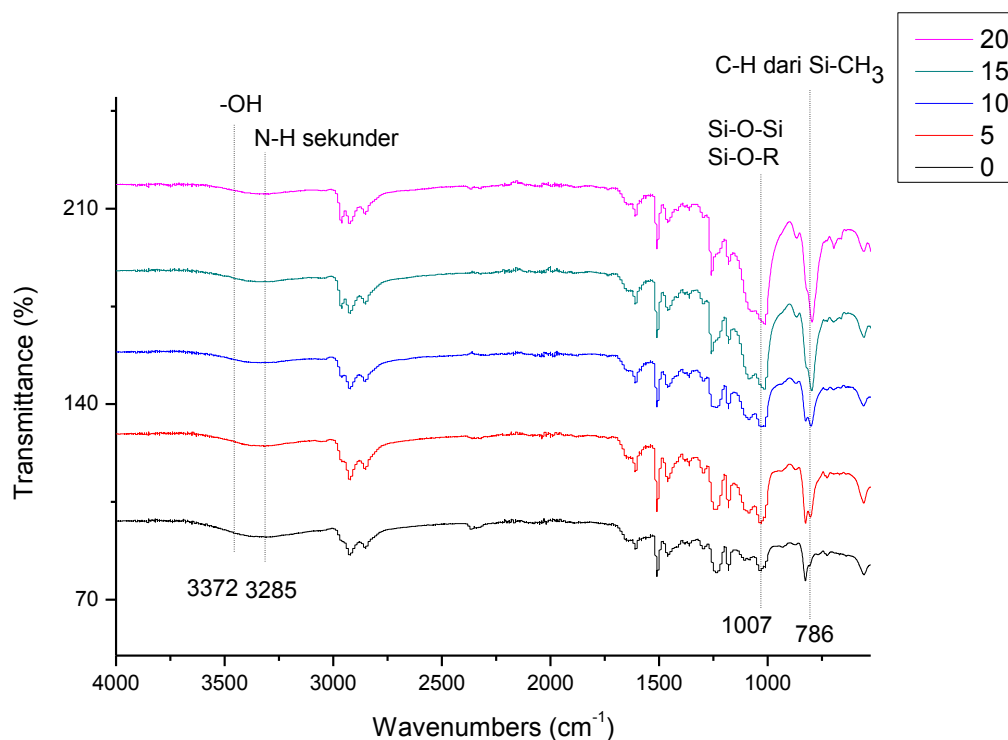
Dari Gambar 4.18 a dan b dapat kita lihat permukaan termoset yang halus dengan adanya sedikit bintik-bintik. Permukaan yang putih halus menandakan telah terjadi *curing* sempurna dari termoset epoksi/PAA. Adapun bintik yang muncul merupakan porositas dari udara atau pelarut yang terjebak. Gambar 4.18 c dan d merupakan mikrograf dari epoksi/PAA dengan penambahan 10wt% RTV *silicone rubber*. Dari gambar tersebut dapat dilihat terbentuknya dua fase pemisahan.

Bagian yang besar merupakan termoset epoksi/PAA dan bagian yang sedikit dan mengumpul adalah elastomer RTV *silicone rubber*. Bagian yang sedikit mulai menjadi banyak seiring dengan penambahan RTV *silicone rubber* (Gambar 4.18 e dan f). Pemisahan yang terjadi antara termoset epoksi/PAA dan elastomer RTV *silicone rubber* disebabkan karena RTV *silicone rubber* bersifat *low solubility parameter* dan bersifat *immiscible* terhadap termoset epoksi/PAA. Terbentuknya fase kedua pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* menyebabkan perbedaan sifat mekanik, termal, fisik dan kimia antara termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* dengan komponen pembentuknya.

#### 4.2.3.2 Hasil Analisis FTIR

Termoset epoksi disintesis dengan penambahan resin lain seperti RTV *silicone rubber*. Struktur kimia dari termoset epoksi yang telah disintesis, diinvestigasi dengan teknik FTIR dan NMR. Termoset epoksi/PAA dengan dan tanpa penambahan tertentu RTV *silicone rubber* yang telah *curing* pada temperatur 200°C kemudian di analisis menggunakan FTIR. Spektrum IR dari termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15, dan 20wt% RTV *silicone rubber* dapat dilihat pada Gambar 4.19.

Dari Gambar 4.19 dapat kita lihat adanya perbedaan *peak* pada setiap spektrum IR dengan komposisi tertentu. Perbedaan tersebut berupa peningkatan atau penurunan intensitas pada beberapa *peak*. Pada *peak* 3285 cm<sup>-1</sup> terjadi penurunan intensitas N-H sekunder dari resin poliaminoamida. Pada *peak* 1007 cm<sup>-1</sup> terjadi peningkatan intensitas regangan Si-O-Si dan Si-O-R dengan semakin besarnya rasio persen berat RTV *silicone rubber* dalam campuran termoset. Peningkatan intensitas juga terjadi pada *peak* 786 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan semakin banyak rasio C-H dari Si-CH<sub>3</sub> pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Dari Gambar 4.19 dapat kita simpulkan bahwa penambahan RTV *silicone rubber* meningkatkan intensitas pada *peak* di 1007 dan 786 cm<sup>-1</sup> yang berarti ikatan Si-O-Si, Si-O-R dan Si-CH<sub>3</sub> semakin banyak.

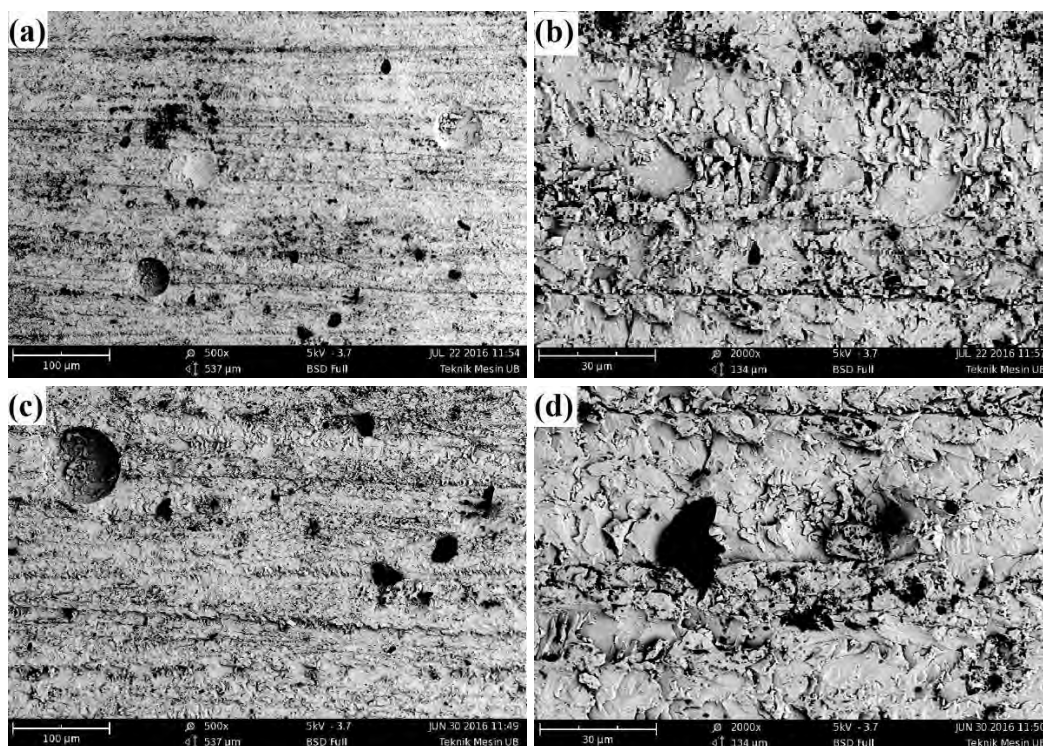


Gambar 4.19 Spektrum IR dari termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15 dan 20wt% RTV *silicone rubber*

#### 4.2.4 Hasil Pengujian mikro, Karakterisasi dan Identifikasi Struktur Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida/*Phthalic Anhydride*

##### 4.2.4.1 Hasil Uji *Scanning Electron Microscopy*

Pengujian SEM juga dilakukan pada material termoset epoksi/PAA dengan penambahan 15wt% PA untuk melihat struktur mikro dan model ikatan yang terbentuk secara mikro. Hasil uji SEM dari termoset epoksi/PAA/15wt% PA dapat dilihat pada Gambar 4.20. Dari Gambar 4.20 a sampai d dapat dilihat bahwa termoset epoksi/PAA/PA membentuk satu fase. Gambar 4.20 a dan c menunjukkan porositas karena udara yang terjebak dalam termoset epoksi/PAA/PA. Selain itu, pelarut yang terjebak dan ikatan kovalen yang putus membentuk gas N<sub>2</sub> dan O<sub>2</sub> juga dapat mempengaruhi porositas pada material termoset saat diberikan temperatur sampai temperatur *curing*.



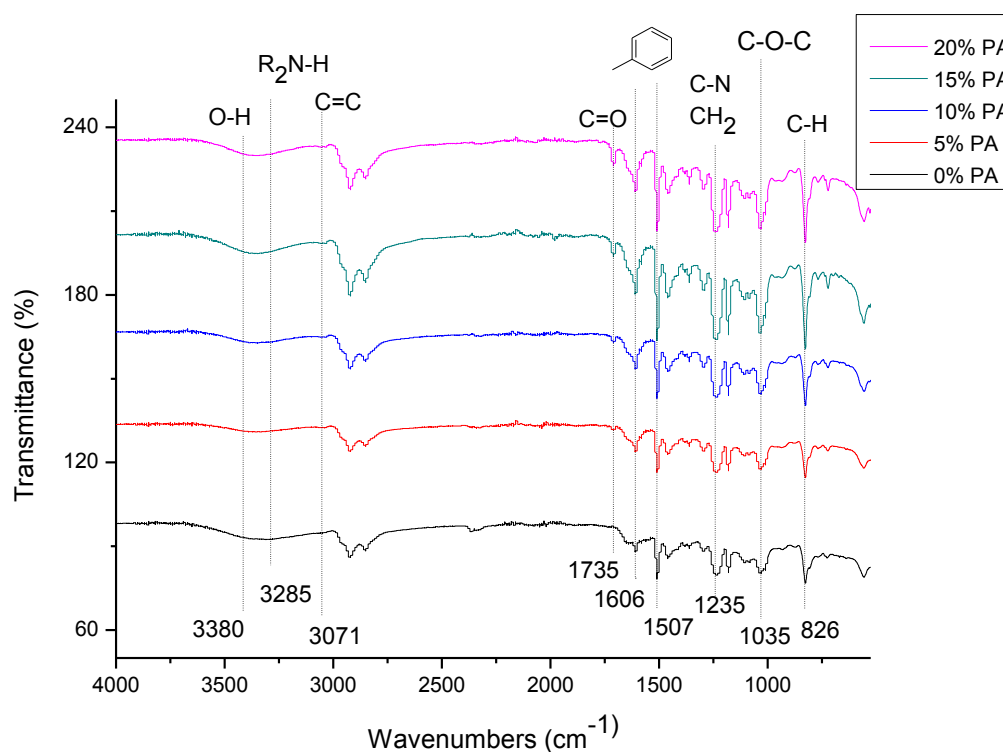
Gambar 4.20 Mikrograf SEM penampang melintang dari termoset epoksi/PAA/10wt% PA (a dan b) dan termoset epoksi/PAA/15wt% PA (c dan d)

#### 4.2.4.2 Hasil Analisis FTIR

Selain melakukan pengujian SEM, juga dilakukan pengujian dan analisis FTIR pada termoset epoksi/PAA/PA untuk melihat jenis gugus fungsi dan ikatan yang terbentuk sehingga mampu meramalkan jenis reaksi, polimer dan senyawa baru yang terbentuk. Gabungan hasil FTIR pada termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15, dan 20wt% PA dapat dilihat pada Gambar 4.21.

Gambar 4.21 menunjukkan perubahan peak pada hasil spektrum dari termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15 dan 20wt% PA. Pada *peak*  $3380\text{ cm}^{-1}$  muncul gugus  $\text{-OH}$ . Penambahan wt% PA meningkatkan intensitas *peak*  $3380\text{ cm}^{-1}$ . Pada *peak*  $3285\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus amina sekunder  $\text{R}_2\text{N-H}$ . Penambahan wt% PA menurunkan intensitas *peak* karena amina sekunder telah berikatan membentuk amina tersier. *Peak*  $1735\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus karbonil  $\text{C=O}$ . Penambahan wt% PA meningkatkan intensitas karena adanya gugus  $\text{C=O}$  pada senyawa *phthalic anhydride*. Pada  $1606$  dan  $1507\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan

adanya gugus benzena yang semakin banyak. Gugus benzena selain berasal dari epoksi, juga berasal dari PA. *Peak*  $1235\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan C-N dimana C merupakan  $\text{CH}_2$ . Intensitas pada *Peak*  $1235\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan semakin banyak ikatan C-N yang terbentuk. *Peak*  $1035\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus eter C-O-C dan penambahan wt% PA meningkatkan intensitasnya. *Peak*  $826\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan C-H.



Gambar 4.21 Spektrum IR dari termoset epoksi/PAA dengan penambahan 0, 5, 10, 15 dan 20wt% PA

### 4.3 Hasil Pengujian Mekanik Termoset Epoksi

Epoksi digunakan dalam berbagai aplikasi karena merupakan termoset amorfus dengan kekerasan dan kekuatan mekanik yang sangat baik, ketahanan terhadap kimia dan pelarut yang baik, ketahanan terhadap panas, dan sifat elektrik yang baik. Sifat mekanik epoksi ditentukan oleh banyak parameter seperti berat molekul, kandungan gugus epoksida, kondisi *curing*, jumlah *curing agent* yang digunakan, temperatur *curing*, dan lain-lain. Untuk memperoleh karakteristik mekanik yang diinginkan, parameter-parameter tersebut harus dioptimalkan.

Penggabungan epoksi dengan senyawa lain seperti RTV *silicone rubber*, poliaminoamida, maupun *phthalic anhydride* memiliki efek positif dan negatif terhadap sifat mekanik seperti kekuatan tarik, *elongation at break*, kekuatan impak, maupun kekerasan. Temperatur mempengaruhi sifat mekanik karena pengaruhnya terhadap gerak intramolekul dan interaksi intermolekul. Sifat mekanik juga dipengaruhi oleh berat molekul. Ketika berat molekul rendah, tekanan mekanik yang diterapkan menyebabkan molekul menggeser di atas satu sama lain dan memisahkan keduanya. Oleh sebab itu, ketika berat molekul ditingkatkan, molekul menjadi terjepit dan kekuatan mekanik meningkat. Jumlah dari ikatan dan kekuatan atraktif intermolekul melebihi kekuatan ikatan kovalen individu pada rantai utama polimer. Kondisi ini umumnya terjadi dengan termoplastik berat molekul yang sangat tinggi dan *crosslink* termoset. Sifat mekanik dari termoset epoksi berkaitan langsung dengan kondisi *curing*. Dilaporkan bahwa *crosslinking* tidak selesai pada temperatur rendah. Faktor lain yang penting dalam mempengaruhi sifat mekanik dalam sistem jaringan, adalah jumlah *crosslink* per unit volume. Densitas *crosslink* menyediakan arti umum dari karakterisasi struktur jaringan secara fisika.

#### **4.3.1 Hasil Pengujian Mekanik Epoksi/Poliaminoamida/RTV *silicone rubber***

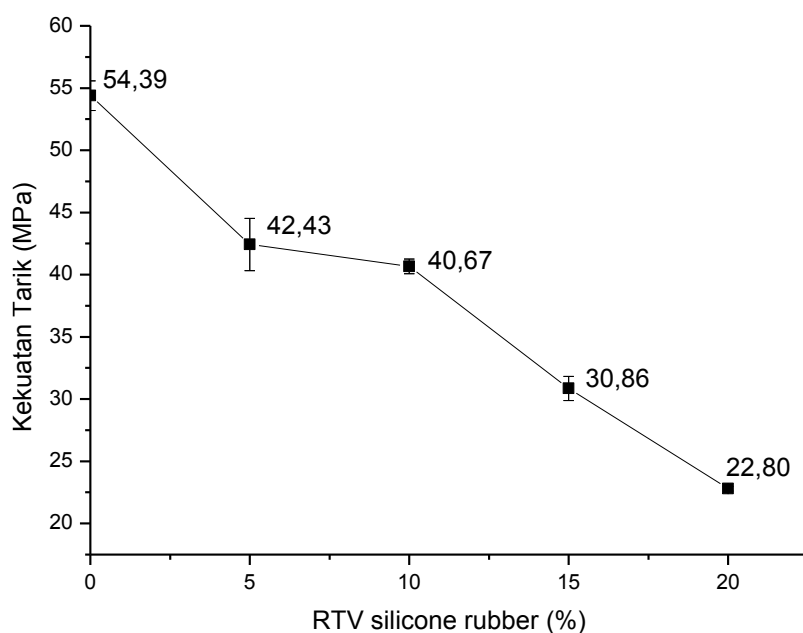
Pengujian mekanik Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* meliputi uji tarik, uji impak dan uji kekerasan. Pengujian tarik menggunakan ASTM D 638, uji impak menggunakan standar JIS 2242 dan uji kekerasan menggunakan standar ASTM D 785-03.

##### **4.3.1.1 Hasil Uji Tarik**

Termoset epoksi dibandingkan dengan jenis termoset lainnya dikenal sebagai termoset yang kaku, yang dikategorikan memiliki kekuatan tinggi, sangat rapuh, dan berifat hidrofilik (Shon dan Kwon, 2009). Jaringan termoset relatif memiliki nilai *elongation at break* lebih rendah dibandingkan dengan tipe plastik fleksibel dan elastomer. Rey, dkk (1999) telah berhasil membuat campuran polimer antara resin epoksi, polidimetilsiloksana dan *dicyandiamide* (DDA) sebagai hardener serta diuron sebagai katalis. Hasil yang diperoleh bahwa penambahan

polidimetilsiloksana menurunkan kekuatan tarik namun meningkatkan ketangguhan. Penggunaan poliaminoamida sebagai hardener memiliki gugus amida yang mampu berikatan dengan cincin epoksida.

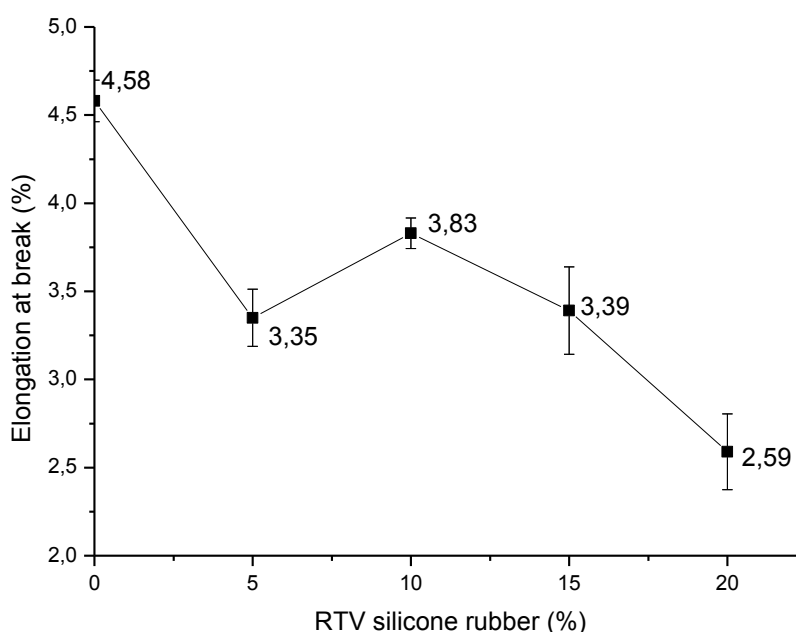
Pembuatan spesimen tarik Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* dilakukan berdasarkan metodologi yang telah dijelaskan pada BAB 3. Spesimen yang telah tercampur kemudian dipanaskan pada temperatur 200°C selama 1 jam. Pengujian tarik dilakukan setelah semua spesimen berhasil dicetak. Selain melakukan proses *curing* pada temperatur tinggi, juga dilakukan proses *curing* pada temperatur kamar selama 24 jam. Hasilnya yaitu terjadi *curing* baik pada temperatur tinggi maupun pada temperatur kamar. Data kekuatan tarik dan *elongation at break* pada pencampuran antara resin epoksi, PAA, dan RTV *silicone rubber* pada temperatur 200°C dapat dilihat pada Gambar 4.22 dan 4.23.



Gambar 4.22 Efek penambahan RTV *silicone rubber* terhadap kekuatan tarik Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* pada kondisi 200°C, 1 jam

Gambar 4.22 menunjukkan kekuatan tarik dari Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Dapat dilihat bahwa penambahan jumlah RTV *silicone rubber* mempengaruhi kekuatan tarik termoset. Kekuatan tarik tanpa penambahan RTV

*silicone rubber* (0% RTV *silicone rubber*) sebesar 54,39 MPa. Penambahan 5%wt RTV *silicone rubber* menurunkan kekuatan tarik menjadi 42,43 MPa. Penambahan 10%wt RTV *silicone rubber* menurunkan kekuatan tarik menjadi 40,67 MPa. Penambahan RTV *silicone rubber* sampai 15%wt menurunkan kekuatan tarik menjadi 30,86 MPa. Penambahan RTV *silicone rubber* sampai 20%wt memberikan nilai kekuatan tarik sebesar 22,80 MPa. Gambar 4.28 menunjukkan bahwa penambahan jumlah RTV *silicone rubber* terhadap epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* menurunkan kekuatan tarik.



Gambar 4.23 Efek penambahan RTV *silicone rubber* terhadap *elongation at break* Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*, pada kondisi 200°C

Gambar 4.23 menunjukkan nilai *elongation at break*. Penambahan RTV *silicone rubber* mempengaruhi *elongation at break* termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Tanpa penambahan RTV *silicone rubber*, *elongation at break* sebesar 4,58%. Penambahan 5%wt RTV *silicone rubber* menurunkan *elongation at break* menjadi 3,35%. Penambahan 10%wt RTV *silicone rubber* menaikkan *elongation at break* menjadi 3,83% dibandingkan dengan 5%wt RTV *silicone rubber*. Ketika RTV *silicone rubber* ditambahkan sebesar 15%, *elongation at break*



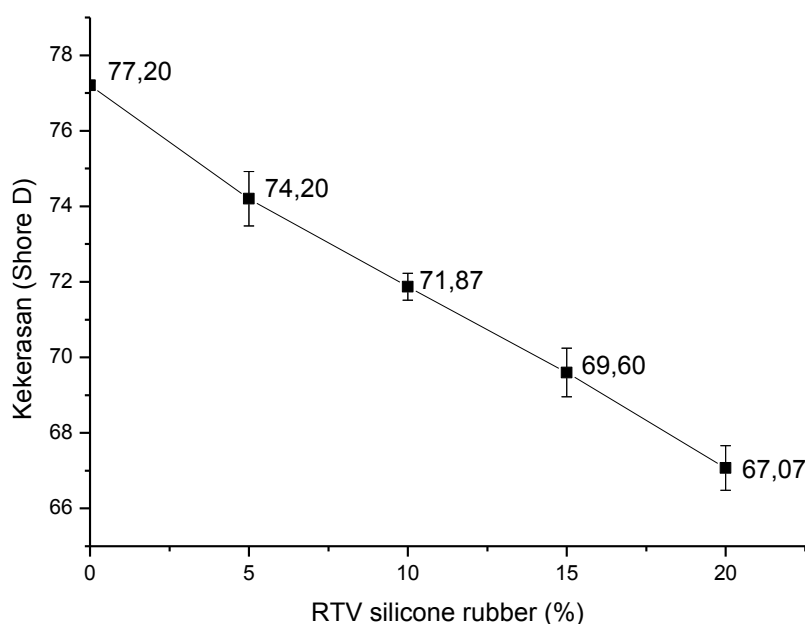
turun menjadi 3,39%. Penambahan 20%wt RTV *silicone rubber* menurunkan *elongation at break* menjadi 2,59%. Walaupun terjadi peningkatan dan penurunan saat penambahan RTV *silicone rubber*, namun secara keseluruhan bahwa penambahan RTV *silicone rubber* menurunkan *elongation at break* jika dibandingkan dengan tanpa penambahan RTV *silicone rubber*. Gambar 4.29 menunjukkan penurunan *elongation at break* dengan adanya penambahan RTV *silicone rubber*. Peningkatan *elongation at break* terjadi pada penambahan 10%wt RTV *silicone rubber*, namun peningkatannya masih di bawah *elongation at break* tanpa penambahan RTV *silicone rubber*. Penurunan sifat tarik dan *elongation at break* disebabkan karena tidak terjadi ikatan kovalen antara RTV *silicone rubber* dan termoset epoksi/PAA.

Ikatan yang terbentuk adalah ikatan antarmuka (ikatan sekunder) dimana sebagian kecil RTV *silicone rubber* terdifusi dan mengalami *interlocking* secara mekanik yang kekuatan ikatnya rendah dibandingkan dengan ikatan primer seperti ikatan kovalen. Tidak terbentuknya ikatan kovalen menyebabkan *crosslink network* antara ketiga komponen tidak terbentuk. Penambahan RTV *silicone rubber* semakin menurunkan sifat tarik dan *elongation at break* karena selain tidak berikatan kimia, penambahan elastomer ini juga mengganggu terjadinya *crosslink network* antara epoksi dan PAA karena penambahan RTV *silicone rubber* menyebabkan terbentuknya endapan elastomer. Peningkatan jumlah RTV *silicone rubber* ditandai dengan semakin besar intensitas *peak*  $1007\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan Si – O – Si dan *peak*  $786\text{ cm}^{-1}$  yang menandakan bertambahnya Si – CH<sub>3</sub> pada pengujian FTIR (Gambar 4.19). Berkurangnya *crosslink network* yang terbentuk dapat dibuktikan dengan peningkatan *swell ratio* pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* (Gambar 4.32). Peningkatan *swell ratio* mengindikasikan menurunnya derajat *crosslinking* (berat molekul yang tinggi diantara *crosslink*). Selain itu dari sisi mekanik dan laju pemanasan, penurunan kekuatan tarik dan *elongation at break* disebabkan karena terbentuknya porositas pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yang terbentuk. Porositas terbentuk karena ketidaksesuaian antara waktu bagi setiap komponen untuk mengalami reaksi terhadap laju pemanasan yang diberikan, kemungkinan adanya pelarut yang

terjebak, atau udara yang terjebak di dalam polimer yang telah *curing*. Udara yang terjebak dapat berasal dari udara luar saat melakukan pengadukan maupun udara yang berasal dari dalam yakni produk samping yang terbentuk akibat laju pemanasan yang terlalu cepat membentuk gas ( $N_2$  maupun  $O_2$ ). Gambar spesimen hasil uji tarik dapat dilihat pada lampiran 7.

#### 4.3.1.2 Hasil Uji Kekerasan

Kekerasan yang dimaksud pada penelitian ini adalah kemampuan polimer termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* menahan indentasi. Alat ukur yang digunakan adalah durometer shore D. Proses pengerjaan pengujian kekerasan dapat dilihat pada lampiran 5. Adapun hasil uji kekerasan dapat dilihat pada Gambar 4.24.



Gambar 4.24 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap nilai kekerasan termoset Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*

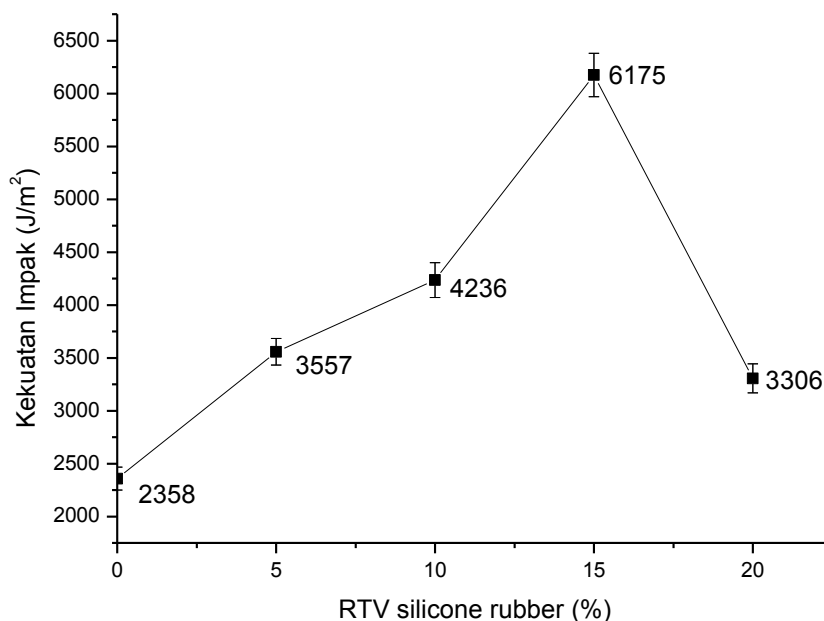
Gambar 4.24 menunjukkan perubahan nilai kekerasan pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* karena penambahan RTV *silicone rubber*. Nilai kekerasan tanpa penambahan RTV *silicone rubber* sebesar 77,20. Penambahan 5wt% RTV *silicone rubber* menurunkan kekerasan menjadi 74,20. Penambahan

10wt% RTV *silicone rubber* menurunkan kekerasan menjadi 71,87. Penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* menurunkan kekerasan menjadi 69,60. Penambahan 20wt% RTV *silicone rubber* menurunkan kekerasan termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* menjadi 67,07. Semakin banyak RTV *silicone rubber* yang ditambahkan akan semakin menurunkan sifat kekerasan dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Penurunan kekerasan disebabkan karena tidak terbentuk *crosslink network* antara epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Karena ikatan yang terbentuk adalah ikatan mekanik, maka sifat dari masing-masing komponen masih mempengaruhi sifat termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Seperti yang telah disebutkan di latar belakang penelitian ini, termoset epoksi/PAA merupakan salah satu jenis polimer *engineering* yang memiliki sifat mekanik yang tinggi dan sangat getas. Adapun elastomer RTV *silicone rubber* merupakan material yang sangat elastis dan ulet namun memiliki kekerasan dan kekuatan tarik yang rendah. Pencampuran antara komponen termoset dan elastomer menurunkan kekerasan material. Semakin banyak elastomer yang ditambahkan maka kekerasan material semakin rendah.

#### 4.3.1.3 Hasil Uji Impak

Pengujian impak dilakukan dengan cara memberikan pembebanan dengan cepat (*rapid loading*). Spesimen uji impak dibentuk berdasarkan standar dengan tipe *charpy*. Hasil uji impak yang diperoleh berupa kekuatan impak dan dapat dilihat pada Gambar 4.25.

Gambar 4.25 menunjukkan perubahan kekuatan impak yang terjadi karena pengaruh penambahan RTV *silicone rubber*. Kekuatan impak tanpa penambahan RTV *silicone rubber* sebesar 2358 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 5wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan kekuatan impak menjadi 3557 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 10wt% RTV *silicone rubber* semakin meningkatkan kekuatan impak menjadi 4236 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* mampu meningkatkan kekuatan impak menjadi 6175 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 20wt% RTV *silicone rubber* menurunkan kekuatan impak menjadi 3306 J/m<sup>2</sup>.



Gambar 4.25 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap kekuatan impak termoset Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*

Gambar 4.25 menunjukkan bahwa penambahan RTV *silicone rubber* meningkatkan kekuatan impak termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* sampai pada titik optimal pada penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* kemudian akan mengalami penurunan ketika ditambahkan RTV *silicone rubber* 20wt%. Bertolak belakang dengan kekuatan tarik dan kekerasan, penambahan RTV *silicone rubber* justru meningkatkan energi dan kekuatan impak dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Hal ini karena pada dasarnya elastomer merupakan material dengan kekuatan impak yang tinggi karena sangat fleksibel. Elastomer RTV *silicone rubber* mampu menahan beban dinamik yang diberikan secara cepat dan menyerap energi yang berasal dari energi kinetik beban dinamik tersebut. Namun penambahan RTV *silicone rubber* pada termoset epoksi/PAA paling maksimal saat penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* kemudian akan terjadi penurunan sifat impak baik energi impak maupun kekuatan impak material. Hal ini disebabkan karena semakin banyak RTV *silicone rubber* yang dicampurkan, maka ruang bagi epoksi dan PAA untuk bereaksi dan membentuk *crosslink network* semakin sulit. Akibatnya, banyak

epoksi dan PAA yang tidak berikatan dan hanya mengganggu *crosslink* dan elastomer yang terbentuk. Pada beberapa jurnal juga disebutkan bahwa penambahan RTV *silicone rubber* yang memiliki sifat kelenturan mampu meningkatkan vibrasi atom menjadi semakin besar. Vibrasi atom menyebabkan pergerakan atom semakin mudah dalam material. semakin besar vibrasi atom, maka akan semakin besar energi dan kekuatan impak material. Gambar spesimen uji impak dapat dilihat lampiran 9.

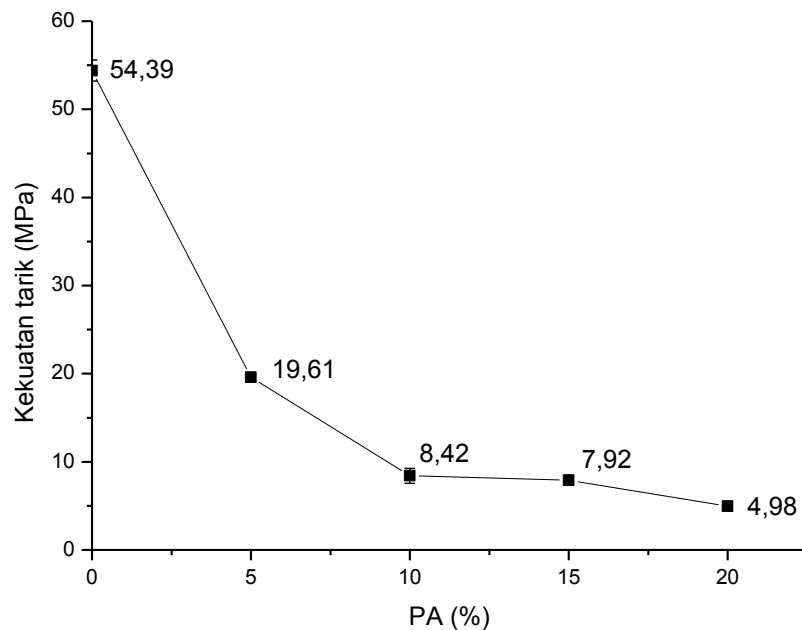
#### **4.3.2 Hasil Pengujian Mekanik Epoksi/Poli aminoamida/*Phthalic Anhydride***

Seperti pengujian pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*, pengujian mekanik pada termoset epoksi/PAA/PA juga meliputi uji tarik, uji impak dan uji kekerasan menggunakan prosedur pengerjaan sesuai standar yang telah ditentukan.

##### **4.3.2.1 Hasil Uji Tarik**

Standar pengujian tarik termoset epoksi/PAA/PA sama seperti pengujian tarik termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Proses pemanasan untuk *curing* pada termoset ini dilakukan secara bertahap mulai dari pemanasan awal 50°C selama 2 jam, kemudian dilanjutkan pada pemanasan 70°C selama 30 menit. Dilanjutkan dengan pemanasan pada 100°C 1 jam dan terakhir 140°C selama 1 jam. Hasil pengujian tarik berupa kekuatan tarik dan *elongation at break* dapat dilihat pada Gambar 4.26 dan 4.27.

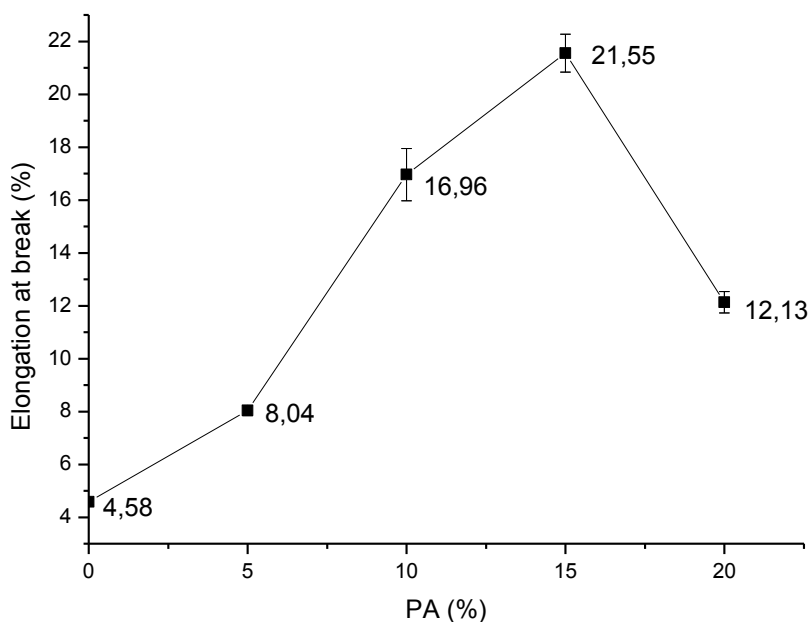
Gambar 4.26 menunjukkan hasil kekuatan tarik dari termoset epoksi/PAA/PA sebelum maupun setelah penambahan PA. Kekuatan tarik termoset epoksi/PAA sebelum penambahan larutan PA sebesar 54,39 MPa. Setelah penambahan 5wt% PA, terjadi penurunan kekuatan tarik menjadi 19,61 MPa. Penambahan 10wt% PA menurunkan kekuatan tarik menjadi 8,42 MPa. Penambahan 15wt% PA semakin menurunkan kekuatan tarik termoset epoksi menjadi 7,92 MPa. Penambahan 20wt% PA menurunkan kekuatan tarik menjadi 4,98 MPa. Semakin banyak larutan PA yang ditambahkan ke dalam epoksi/PAA, maka kekuatan tarik semakin menurun.



Gambar 4.26 Efek penambahan PA terhadap kekuatan tarik termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur *curing* 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA

Penyebab utama penurunan kekuatan tarik adalah adanya pelarut yang masih terjebak dalam spesimen dan pembentukan fase gelatin. Walaupun secara teori dengan penambahan PA, maka akan terbentuk *crosslink network* pada ketiga material, namun penambahan pelarut aseton yang tidak berikatan dengan material utama menyebabkan pelarut hanya akan mengurangi viskositas (konsentrasi campuran menurun) dan densitas spesimen yang telah *curing* menjadi rendah. Peningkatan temperatur *curing* di atas titik didih pelarut menyebabkan pelarut terdesak keluar dalam fase gas, baik berupa gas aseton maupun gas lainnya (CO atau O<sub>2</sub>) karena aseton telah mengalami kerusakan struktur. Pelarut dalam fase gas yang keluar menyebabkan terbentuknya porositas yang menjadi salah satu faktor penurunan sifat suatu material. Pembentukan fase gelatin juga menurunkan kekuatan tarik karena seperti yang telah disebutkan, fase gelatin adalah fase dimana material akan membentuk liquid polimer tanpa berikatan *crosslink* dengan polimer lain yang telah *curing*. Gelatin lebih mirip suatu endapan yang terbentuk dan mengganggu material berikatan *crosslink*.

Gambar 4.33 memperlihatkan data *elongation at break* dari termoset epoksi/PAA/PA ketika tanpa maupun dengan penambahan PA. Termoset epoksi/PAA tanpa penambahan PA memiliki nilai *elongation at break* sebesar 4,58%. Penambahan 5wt% PA menurunkan *elongation at break* menjadi 8,04%. Penambahan 10wt% PA meningkatkan *elongation at break* dibandingkan dengan penambahan 5wt% PA yakni sebesar 16,96%. Penambahan 15wt% PA semakin meningkatkan *elongation at break* menjadi 21,55%. Penambahan 20wt% PA menurunkan *elongation at break* menjadi 12,13%.



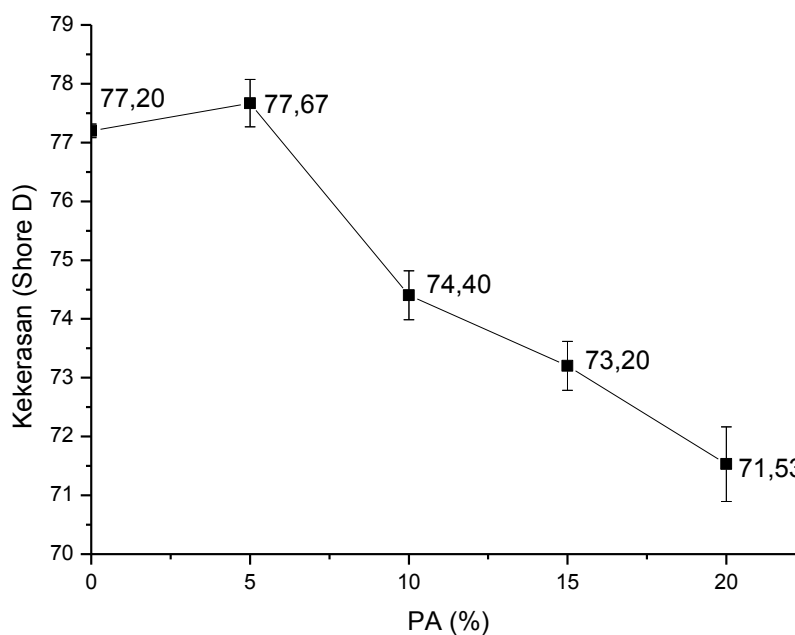
Gambar 4.27 Efek penambahan PA terhadap *elongation at break* termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur *curing* 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA

Penambahan PA pada awalnya meningkatkan *elongation at break*, namun pada penambahan 20wt% PA mengalami penurunan. Secara teori, peningkatan *elongation at break* disebabkan karena semakin banyak larutan PA yang ditambahkan, maka pelarut aseton yang masuk juga semakin banyak. Pelarut yang semakin banyak menyebabkan konsentrasi resin menjadi rendah dan densitas termoset menjadi berkurang. Karena pengaruh pelarut yang terjebak, maka atom-atom pada setiap molekul akan mudah mengalami vibrasi atom. Vibrasi atom

menyebabkan *elongation at break* menjadi besar. Adanya pelarut diantara *crosslink network* juga memudahkan terjadinya pergerakan molekul sehingga akan menyebabkan material menjadi lebih ulet. Pada penambahan 20wt% PA terjadi penurunan sifat *elongation at break*. Hal ini karena penambahan pelarut aseton yang semakin banyak menyebabkan pergerakan atom menjadi tidak teratur dan juga jumlah yang mengalami *crosslink network* menjadi sedikit yang dibuktikan dengan meningkatnya *swell ratio* termoset seiring dengan penambahan PA (Gambar 4.36).

#### 4.3.2.2 Hasil Uji Kekerasan

Pengujian kekerasan pada termoset epoksi/PAA/PA menggunakan standar yang sama dengan pengujian pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yaitu menggunakan alat ukur durometer shore D. Hasil pengujian kekerasan dapat dilihat pada Gambar 4.28.



Gambar 4.28 Pengaruh penambahan PA terhadap nilai kekerasan termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur *curing* 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA

Gambar 4.28 menunjukkan hasil pengujian kekerasan pada termoset epoksi/PAA/PA baik sebelum maupun setelah penambahan larutan PA. Nilai



kekerasan termoset epoksi/PAA tanpa penambahan PA (0wt% PA) sebesar 77,20. Penambahan 5wt% PA menaikkan kekerasan menjadi 77,67. Penambahan 10wt% PA menurunkan nilai kekerasan menjadi 74,40. Penambahan 15wt% PA semakin menurunkan nilai kekerasan termoset epoksi menjadi 73,20. Penambahan 20wt% PA menurunkan nilai kekerasan menjadi 71,53.

Dari Gambar 4.28 dapat disimpulkan bahwa semakin banyak larutan PA yang ditambahkan maka nilai kekerasan termoset epoksi/PAA/PA akan semakin rendah. Walaupun PA membawa gugus benzena yang mampu meningkatkan kekerasan, namun pelarut yang terjebak menyebabkan penurunan kekerasan pada termoset epoksi/PAA/PA. Pelarut yang berada dalam termoset menyebabkan kerapatan antar material yang mengalami *crosslink network* menjadi berkurang dan menyebabkan timbulnya vibrasi atom dan molekul sehingga material menjadi ulet dan menurunkan kekerasan material tersebut.

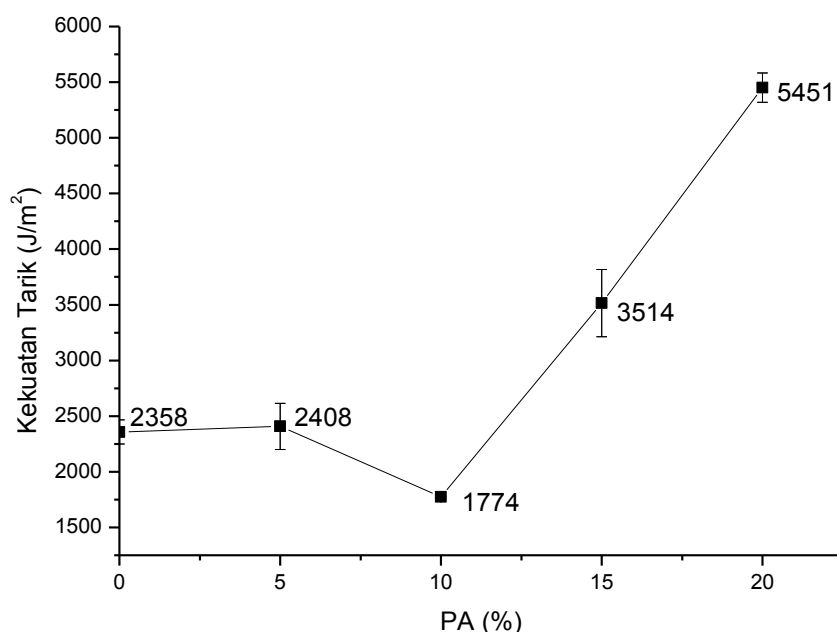
#### 4.3.2.3 Hasil Uji Impak

Standar yang digunakan untuk pengujian impak termoset epoksi/PAA/PA sama dengan pengujian impak termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yaitu menggunakan standar JIS 2242 tipe *charpy*. Hasil uji impak termoset epoksi/PAA/PA dapat dilihat pada Gambar 4.29.

Gambar 4.29 menunjukkan hasil kekuatan impak dari termoset epoksi/PAA/PA dengan berbagai komposisi PA. Tanpa penambahan PA, kekuatan impak termoset epoksi/PAA sebesar 2357,77 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 5wt% PA merubah kekuatan impak menjadi sebesar 2407,55 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 10wt% PA menyebabkan perubahan kekuatan impak menjadi sebesar 1773,74 J/m<sup>2</sup>. Penambahan 15wt% PA meningkatkan kekuatan impak menjadi 3514,2 J/m<sup>2</sup> dan penambahan 20wt% PA meningkatkan kekuatan impak menjadi 5450,48 J/m<sup>2</sup>. Dari Gambar 4.29 dapat disimpulkan bahwa semakin banyak PA yang ditambahkan, maka kekuatan impak termoset epoksi/PAA/PA semakin tinggi.

Terjadi penurunan kekuatan impak saat penambahan 10wt% PA. Setelah dianalisis menggunakan uji t-dua sampel, diperoleh nilai P-Value sebesar 0,093. Karena P-Value >  $\alpha$ , maka H<sub>0</sub> diterima. Oleh sebab itu, penambahan 10wt% PA

dianggap tidak mempengaruhi kekuatan impact dari material termoset epoksi/PAA/PA. Gambar spesimen hasil uji impact dapat dilihat pada lampiran 10. Bertolak belakang dengan kekuatan tarik dan kekerasan, karena material termoset epoksi/PAA/PA bersifat ulet dan vibrasi atomnya besar, maka kemampuan material untuk menahan beban kejut juga semakin besar sehingga kekuatan impactnya juga semakin besar.



Gambar 4.29 Pengaruh penambahan PA terhadap kekuatan impact termoset Epoksi/PAA/PA pada temperatur *curing* 140°C dan 200°C untuk 0wt% PA

#### 4.4 Hasil Pengujian Termal Termoset Epoksi

Polimer termoset epoksi merupakan salah satu polimer *engineering* yang memiliki stabilitas termal yang tinggi dan tidak memiliki  $T_m$  (*melting point*) disebabkan karena ikatan yang terbentuk saat proses polimerisasi merupakan ikatan *crosslink network*. Oleh karena itu peneliti memilih pengujian TGA untuk melihat peristiwa degradasi termoset epoksi berdasarkan massa termoset yang hilang selama diberikan termal pada pengujiannya. Uji TGA dilakukan baik terhadap termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* maupun terhadap termoset epoksi/PAA/PA.

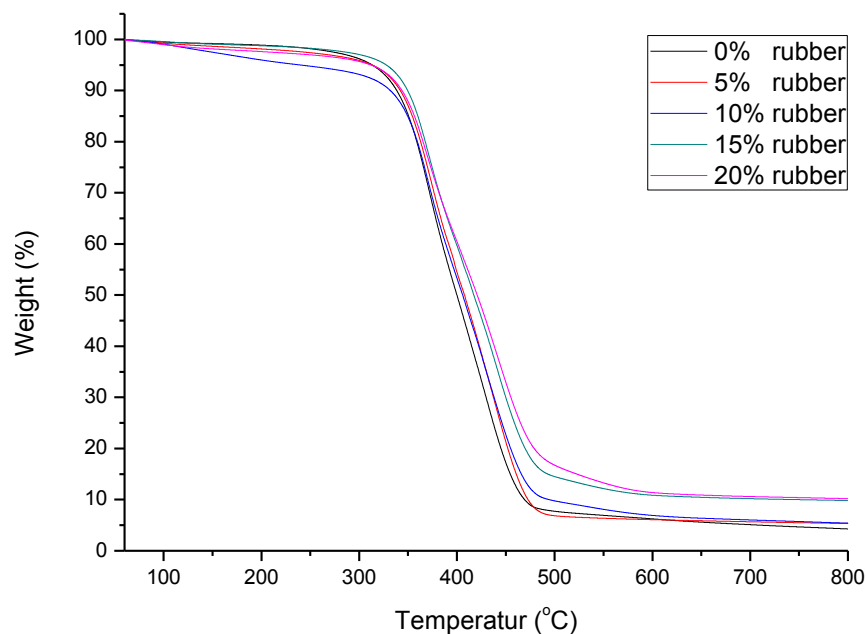
#### 4.4.1 Hasil Pengujian Termal Epoksi/Poliaminoamida/RTV *silicone rubber*

Pengujian termal termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* menggunakan alat TGA yang berdasarkan pada standar ASTM D 3418-03. Data-data yang diperoleh dari analisis TGA yaitu temperatur untuk persentase perbedaan berat, laju dekomposisi maksimum untuk penambahan tertentu RTV *silicone rubber* dalam termoset epoksi dan jumlah kandungan arang pada temperatur 800°C yang dirangkum dalam Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Temperatur untuk persentase perbedaan berat dan laju dekomposisi maksimum untuk perbandingan tertentu RTV *silicone rubber* dalam termoset epoksi dan jumlah kandungan arang pada 800°C

Formulasi RTV <i>silicone rubber</i> (%)	Temperatur (°C) pada variasi fraksi berat yang hilang					Kandungan Ash (%) 800°C
	5%	10%	30%	50%	70%	
0	313,21	338,44	372,04	399,99	429,72	4,271
5	312,14	341,10	375,65	406,70	436,21	5,334
10	239,44	331,81	373,48	405,53	437,74	5,394
15	327,61	349,44	381,88	416,88	449,53	9,827
20	312,13	343,80	381,45	420,50	454,98	10,19

Tabel 4.6 menunjukkan pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap perubahan temperatur pada laju dekomposisi dan kandungan arang pada material termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Secara umum dari Tabel 4.1, temperatur paling tinggi pada dekomposisi 5% yaitu penambahan 15wt% RTV *silicone rubber*. Pada dekomposisi 10%, temperatur tertinggi pada penambahan 15wt% RTV *silicone rubber*. Pada dekomposisi 30%, temperatur tertinggi pada penambahan 15wt% RTV *silicone rubber*. Pada dekomposisi 50%, temperatur tertinggi pada penambahan 20wt% RTV *silicone rubber*. Pada dekomposisi 70%, temperatur tertinggi pada penambahan 20wt% RTV *silicone rubber*. Kandungan ash paling banyak setelah temperatur 800°C pada penambahan 20wt% RTV *silicone rubber* yaitu sebanyak 10,19wt%. Grafik termografi TG dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* dapat dilihat pada Gambar 4.30.



Gambar 4.30 Termografi TG dari termoset epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber* dengan laju pemanasan 10°C/min

Gambar 4.30 secara umum menunjukkan adalah peningkatan temperatur degradasi pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* karena adanya penambahan elastomer RTV *silicone rubber*. Kestabilan termal meningkat dengan penambahan wt% RTV *silicone rubber*. Hal ini karena RTV *silicone rubber* mengandung molekul *organosilane* dengan kemampuan yang unik yang terbentuk dari ikatan kovalen antara atom anorganik dan organik (Si-O). Gugus fungsi Si-O yang berikatan secara kovalen dan energi ikatan yang diberikan untuk memutuskan ikatan kovalen Si-O cukup besar dibandingkan dengan gugus fungsi lainnya.

#### 4.4.2 Hasil Pengujian Termal Epoksi/Poli aminoamida/*Phthalic Anhydride*

Pengujian stabilitas termal pada termoset epoksi/PAA/PA menggunakan analisis TGA bertujuan untuk melihat temperatur degradasi dari termoset tersebut. Proses dan standar yang digunakan sama dengan pengujian pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yaitu didasarkan pada standar ASTM D 3418-03.

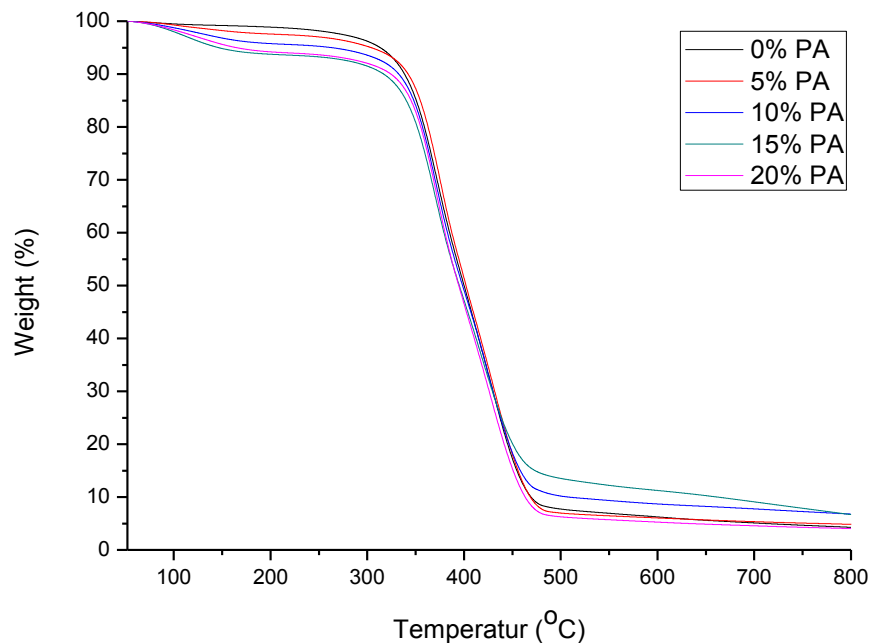
Hasil temperatur dari berat yang hilang, laju dekomposisi dan jumlah kandungan arang pada 800°C dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Temperatur untuk persentase perbedaan berat dan laju dekomposisi maksimum untuk perbandingan tertentu PA dalam termoset epoksi dan jumlah kandungan arang pada 800°C

Formulasi PA (%)	Temperatur (°C) pada variasi fraksi berat yang hilang					Kandungan Ash (%)
	5%	10%	30%	50%	70%	800°C
0	313,21	338,44	372,04	399,99	429,72	4,271
5	301,87	340,02	373,07	399,77	429,47	4,817
10	263,20	332,60	370,22	398,40	429,74	6,764
15	146,00	316,85	366,30	395,18	429,46	6,677
20	164,57	324,15	368,26	394,30	425,71	4,023

Tabel 4.7 menunjukkan perubahan temperatur pada variasi fraksi berat yang hilang, laju dekomposisi maksimum dan kandungan *ash* karena pengaruh penambahan PA. Dari Tabel 4.2, pada 5% berat yang hilang, temperatur tertinggi pada komposisi 0wt% PA yaitu sebesar 313,21°C. Pada 10% berat yang hilang, temperatur tertinggi pada komposisi 5wt% PA yakni sebesar 340,02°C. Pada 30% berat yang hilang, temperatur tertinggi pada komposisi 5wt% PA yaitu sebesar 373,07°C. Pada 50% berat yang hilang, temperatur tertinggi pada komposisi 0wt% PA yaitu 399,99°C. Pada 70% berat yang hilang, temperatur tertinggi pada komposisi 10wt% PA yaitu 429,74°C. Kandungan *ash* paling besar saat temperatur 800°C pada penambahan 10wt% PA. Termografi TG dari termoset epoksi/PAA/PA dapat dilihat pada Gambar 4.31.

Gambar 4.31 secara umum menunjukkan perubahan temperatur degradasi polimer termoset epoksi/PAA/PA karena penambahan PA. Dari Tabel 4.2 dan Gambar 4.31 dapat disimpulkan bahwa terjadi penurunan temperatur degradasi saat penambahan PA dengan kata lain penambahan PA menurunkan stabilitas termal termoset epoksi/PAA/PA. Dari hasil TGA,  $T_d$  minimum berada pada penambahan 15wt% PA yaitu sekitar 146°C. Jika kita membandingkan hasil TGA dengan dan tanpa penambahan wt% PA, dapat kita simpulkan bahwa penambahan larutan PA semakin menurunkan *termal stability* dari termoset epoksi/PAA/PA.



Gambar 4.31 Termografi TG dari termoset epoksi/PAA/wt%PA dengan laju pemanasan 10°C/min

Penyebab utama dari penurunan kestabilan termal termoset epoksi/PAA/PA yaitu adanya pelarut yang terjebak dalam spesimen yang telah *curing* dan membentuk fase gelatin yang tidak berikatan *crosslink* dengan termoset epoksi/PAA/PA. Baik pelarut, udara maupun gelatin memiliki kestabilan yang rendah dibandingkan dengan polimer termoset maupun elastomer.

#### 4.5 Hasil Pengujian Fisik dan Kimia Termoset Epoksi

Polimer termoset yang telah *curing* kemudian diuji melalui pengujian fisik dan kimia. Pengujian fisik berupa pengukuran epoksi *equivalent weight* dan *equivalent weight* dari amina pada resin epoksi dan resin poliaminoamida, pengukuran *swell ratio*, pengujian *chemical resistance*, dan pengujian penyerapan air pada termoset epoksi.

#### 4.5.1 Hasil Pengukuran *Epoxy Equivalent Weight* dan *Equivalent Weight of Amine*.

Pengukuran *epoxy equivalent weight* (EEW) dan *equivalent weight of amine* (EWA) didasarkan pada standar ASTM D 1652 dan D 2074. Pengujian yang dilakukan menggunakan metode titrasi. Setelah dilakukan pengukuran dan perhitungan, diperoleh EEW sebesar 160,54 g/mol. Karena jumlah grup epoksi (N) adalah 2, maka berat molekul epoksi adalah  $EEW \times N = 321,07$  g/mol. Adapun EWA yang diperoleh sebesar 405,26 g/mol. Dengan jumlah hidrogen aktif sebanyak 4, maka berat molekul poliaminoamida sebesar  $EWA \times 4 = 1676,14$  g/mol.

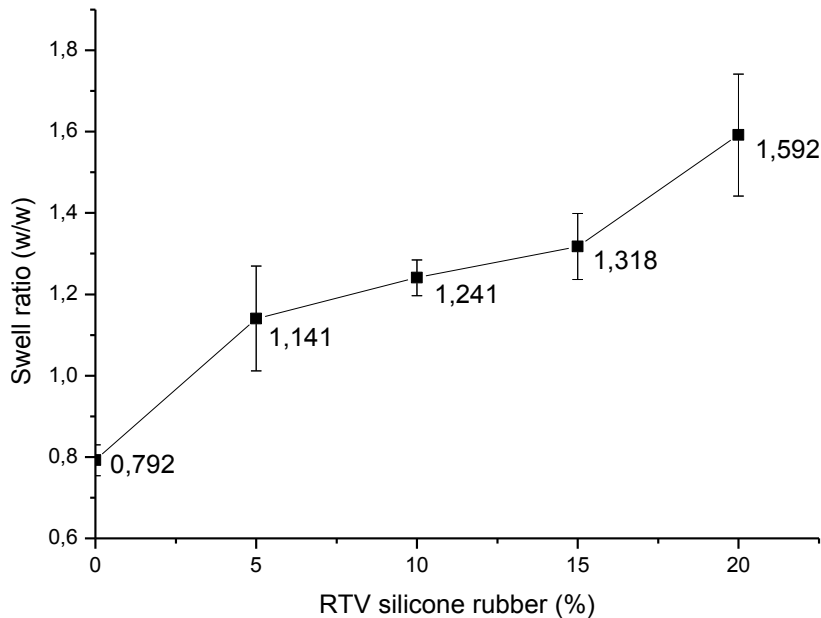
#### 4.5.2 Hasil Pengujian Fisik dan Kimia Termoset Epoksi/Poliaminoamida/RTV *silicone rubber*

##### 4.5.2.1 Hasil Pengukuran *Swell Ratio*

Pengukuran *swell ratio* bertujuan untuk mengetahui kemampuan suatu material mengalami *crosslink* ketika terjadi proses *curing* sampai membentuk polimer termoset. Semakin tinggi hasil *swell ratio* dari suatu material, maka *crosslink* dari material tersebut semakin rendah. Pengukuran *swell ratio* menggunakan standar ASTM D 2765-01 metode C. Hasil pengujian *swell ratio* pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* dapat dilihat pada Gambar 4.32.

Gambar 4.32 menunjukkan hasil pengukuran *swell ratio* dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Dari tabel tersebut ditunjukkan bahwa *swell ratio* termoset Epoksi/PAA tanpa penambahan RTV *silicone rubber* sebesar 0,792 w/w. Penambahan 5wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan *swell ratio* menjadi 1,141 w/w. Penambahan 10wt% RTV *silicone rubber* pada termoset epoksi/PAA semakin meningkatkan *swell ratio* menjadi 1,241 w/w. Penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan *swell ratio* menjadi 1,318 w/w dan penambahan 20wt% RTV *silicone rubber* mampu meningkatkan *swell ratio* menjadi sebesar 1,592 w/w. Secara umum, penambahan RTV *silicone rubber* meningkatkan *swell ratio* dari termoset epoksi. Semakin tinggi *swell ratio* mengindikasikan derajat *crosslink* semakin rendah. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa

rendahnya *crosslink* disebabkan karena pengaruh pelarut yang semakin banyak dan mengurangi konsentrasi dan viskositas material yang akan *curing*.



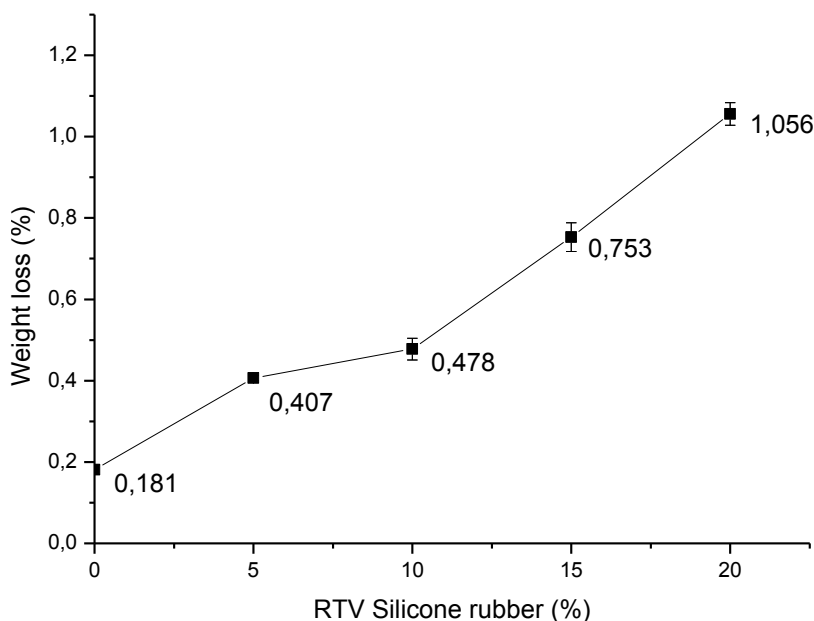
Gambar 4.32 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap *swell ratio* dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*

#### 4.5.2.2 Hasil Pengujian *Chemical Resistance*

Pengujian *chemical resistance* pada penelitian ini mengikuti standar ASTM D 543 – 95. Pengujian *chemical resistance* dilakukan dalam dua kondisi yaitu kondisi asam (10% HCl) dan basa (10% NaOH). Hasil pengujian *chemical resistance* pada kondisi asam dan basa dapat dilihat pada Gambar 4.33. Gambar 4.33 menunjukkan jumlah massa termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yang hilang dalam kondisi asam. Penambahan jumlah RTV *silicone rubber* mempengaruhi jumlah massa yang hilang. Ketika direndam dalam larutan HCl 10%, massa termoset epoksi/PAA yang hilang sebesar 0,181%. Penambahan 5wt% RTV *silicone rubber* menambah jumlah massa yang hilang menjadi sebesar 0,407%. Penambahan 10wt% RTV *silicone rubber* menyebabkan massa yang hilang setelah perendaman sebesar 0,478%. Penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan massa yang hilang menjadi sebesar 0,753% dan penambahan

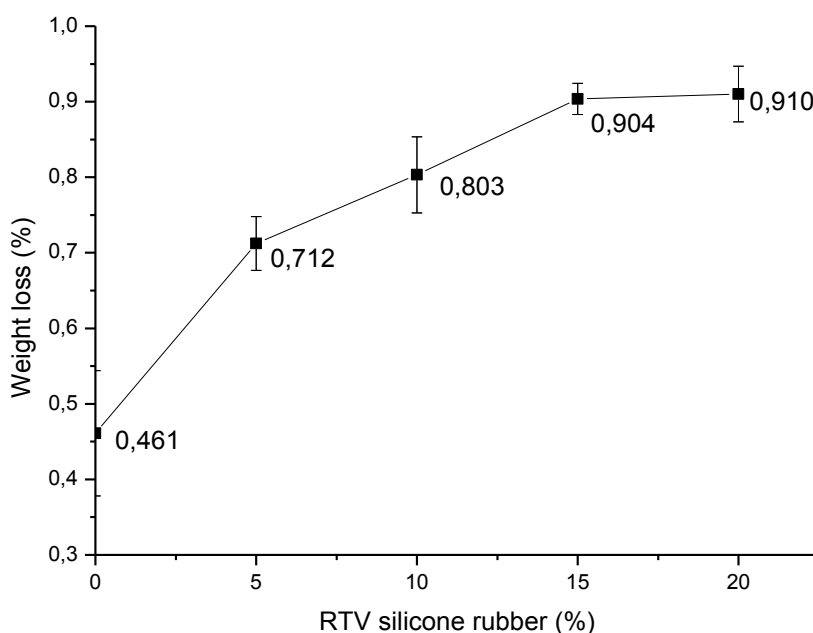


20wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah massa yang hilang menjadi sebesar 1,056%.



Gambar 4.33 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* saat direndam dalam HCl 10%, 72 jam

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.33 dapat disimpulkan bahwa semakin banyak RTV *silicone rubber* yang ditambahkan, maka massa yang hilang akan semakin banyak. Namun jumlah massa yang hilang masih dapat diperhitungkan jika dibandingkan dengan epoksi/PAA tanpa penambahan RTV *silicone rubber*. Gambar 4.34 menunjukkan data massa yang hilang pada kondisi basa (perendaman dalam NaOH 10%). Jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA tanpa penambahan RTV *silicone rubber* sebanyak 0,461%. Penambahan 5wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah massa yang hilang menjadi sebesar 0,712%. Penambahan 10wt% RTV *silicone rubber* menyebabkan massa yang hilang menjadi sebesar 0,803%. Penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah massa termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yang hilang menjadi sekitar 0,904%. Penambahan 20wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah massa yang hilang menjadi sekitar 0,910%.



Gambar 4.34 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* saat direndam dalam NaOH 10%, 72 jam

Secara umum terjadi peningkatan jumlah massa yang hilang karena pengaruh penambahan RTV *silicone rubber*, namun perubahan tersebut cukup kecil jika dibandingkan dengan tanpa penambahan RTV *silicone rubber*. RTV *silicone rubber* merupakan salah satu elastomer yang tahan terhadap serangan bahan-bahan kimia baik dalam suasana asam maupun basa. Hal ini karena senyawa pembentuk elastomer RTV *silicone rubber* terdiri dari Si-O yang memiliki sifat *low chemical reactivity*.

Gambar 4.33 dan 4.34 menunjukkan bahwa penambahan RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah massa yang hilang. Artinya, penambahan RTV *silicone rubber* menurunkan sifat *chemical resistance*. Hal ini bertolak belakang dari teori yang menyebutkan bahwa RTV *silicone rubber* tahan terhadap serangan kimia. Dua penyebab utama penurunan sifat *chemical resistance* yaitu; pertama, termoset epoksi/PAA dilihat dari sifat-sifat dan struktur kimianya yang mengandung gugus benzena merupakan termoset yang tahan terhadap gangguan kimia. Sehingga, ketika termoset epoksi/PAA yang *membentuk crosslink network*

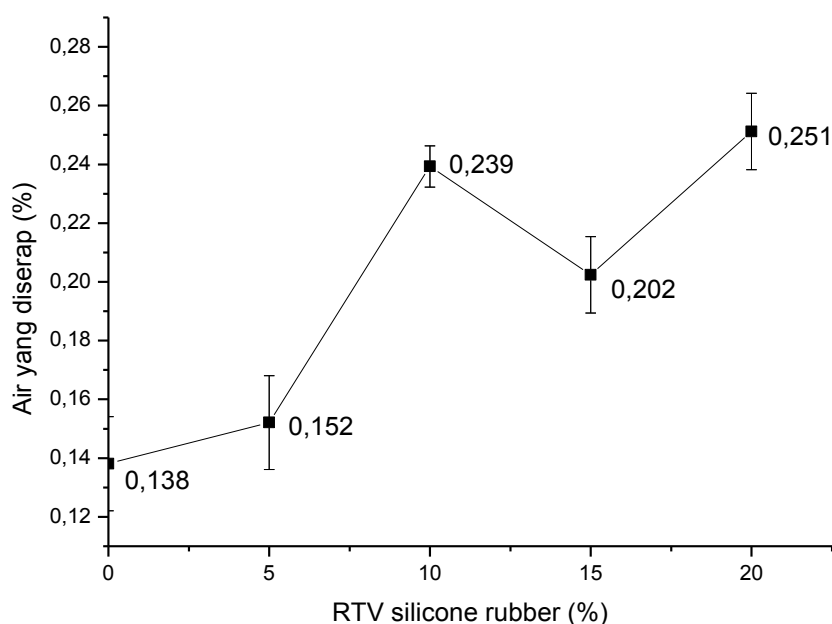
dengan 0wt% RTV *silicone rubber* di *treatment* dengan cara direndam dalam larutan asam atau basa, maka akan stabil mempertahankan ikatan yang terbentuk. Penambahan RTV *silicone rubber* menurunkan sifat *chemical resistance* karena seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa ikatan yang terbentuk dari termoset epoksi/PAA dengan RTV *silicone rubber* berupa ikatan *interlocking* (ikatan antarmuka) yang kekuatan ikatnya lebih rendah dibandingkan ikatan kovalen. Sehingga ketika dilakukan perendaman, bagian polimer *blend* yang akan lebih cepat rusak pada sisi ikatan antarmuka. Semakin banyak RTV *silicone rubber* ditambahkan maka semakin banyak endapan elastomer yang terperangkap diantara termoset epoksi dan mengganggu *crosslink network* epoksi dan PAA sehingga sebagian epoksi dan PAA tidak bereaksi. Baik RTV *silicone rubber*, epoksi maupun PAA yang tidak membentuk *crosslink* akan lebih mudah terdegradasi oleh bahan kimia dibandingkan dengan saat terbentuk ikatan primer.

Alasan ke dua adalah karena terbentuknya porositas. Porositas menyebabkan adanya ruang kosong pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Penyebab adanya porositas telah dijelaskan sebelumnya. Saat dilakukan perendaman, larutan asam atau basa akan melewati celah-celah kosong dan akan mengisi celah tersebut. Dengan berjalannya waktu, pada bagian celah yang kosong akan lebih dulu terdegradasi karena pada bagian porositas hanya terdapat gas, pelarut, maupun komponen yang hanya berikatan antarmuka. Ketika dilakukan pemanasan, maka gas-gas yang mudah terdegradasi akan keluar bersama-sama dengan pelarut dan larutan asam atau basa. Pada akhirnya, saat dilakukan penimbangan kembali setelah pemanasan, massa yang hilang lebih banyak dibandingkan dengan termoset epoksi/PAA dengan 0wt% RTV *silicone rubber*.

#### **4.5.2.3 Hasil Pengujian Penyerapan Air**

Pengujian penyerapan air pada termoset epoksi/PAA/ RTV *silicone rubber* dilakukan berdasarkan ASTM D 570-98. Hasil pengujian penyerapan air dapat dilihat pada Gambar 4.35. Gambar 4.35 menunjukkan hasil pengujian penyerapan air pada termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* baik sebelum maupun setelah penambahan RTV *silicone rubber*. Air yang diserap termoset epoksi/PAA tanpa

penambahan RTV *silicone rubber* sebesar 0,138%. Penambahan 5wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah air yang diserap menjadi 0,152%. Penambahan 10wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah air yang diserap oleh termoset menjadi 0,239%. Penambahan 15wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah air yang diserap oleh termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* menjadi 0,202% dan penambahan 20wt% RTV *silicone rubber* meningkatkan jumlah air yang diserap menjadi 0,251%. Dari grafik pada Gambar 4.41 dapat disimpulkan bahwa semakin besar RTV *silicone rubber* yang ditambahkan maka air yang diserap semakin banyak. Elastomer RTV *silicone rubber* tahan terhadap *water adsorption*. Hal ini karena RTV *silicone rubber* dikenal sebagai material hidrofobik (anti air).



Gambar 4.35 Pengaruh penambahan RTV *silicone rubber* terhadap perubahan penyerapan air dari termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* saat direndam dalam air selama 48 jam

Faktor utama yang menyebabkan terjadinya penyerapan yang semakin besar dengan penambahan RTV *silicone rubber* adalah porositas yang timbul. Air dengan molekul yang lebih kecil akan dengan mudah masuk ke dalam celah-celah kosong

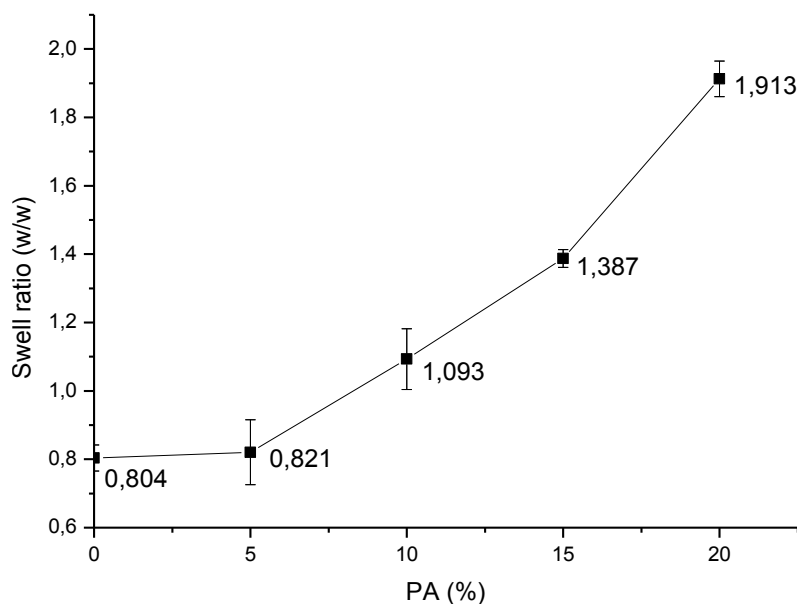
akibat porositas. Oleh sebab itu, semakin banyak porositas, maka massa setelah perendaman dengan air akan semakin besar.

#### 4.5.3 Hasil Pengujian Fisik dan Kimia Termoset Epoksi/Poli aminoamida/*Phthalic Anhydride*

Pengujian fisik dan kimia dari termoset epoksi/PAA/PA menggunakan standar dan prosedur yang sama dengan pengujian material termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*. Pengujian pada epoksi/PAA/PA berupa pengujian dan pengukuran *swell ratio*, pengujian *chemical resistance* dan pengujian penyerapan air.

##### 4.5.3.1 Pengukuran *Swell Ratio*

Pengujian dan pengukuran *swell ratio* pada termoset epoksi/PAA/PA menggunakan standar ASTM D 2765-01 metode C. Hasil pengukuran *swell ratio* pada berbagai komposisi PA dapat dilihat pada Gambar 4.36.

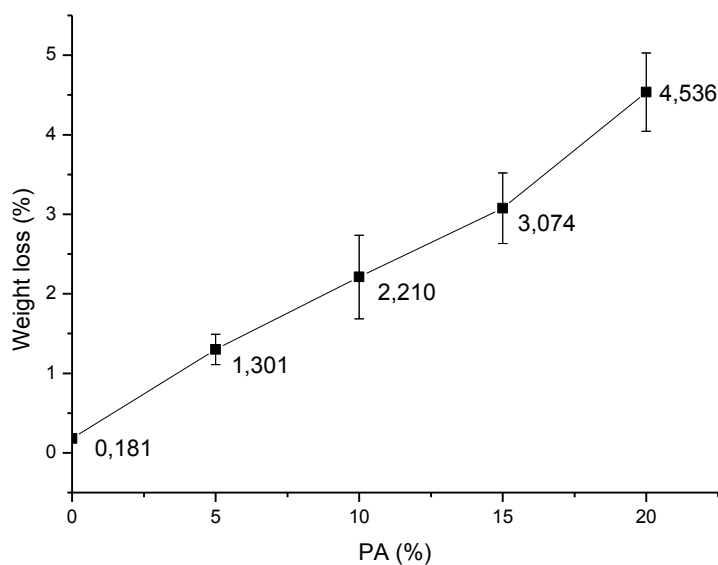


Gambar 4.36 Pengaruh penambahan PA terhadap *swell ratio* dari termoset epoksi/PAA/PA

Gambar 4.36 menunjukkan hasil pengukuran *swell ratio* dari termoset epoksi/PAA/PA. Dari gambar tersebut dapat dilihat pengaruh penambahan PA terhadap besaran *swell ratio* termoset. *Swell ratio* tanpa penambahan PA sebesar 0,804 w/w. Penambahan 5wt% PA meningkatkan *swell ratio* menjadi sebesar 0,821 w/w. Penambahan 10wt% PA meningkatkan *swell ratio* menjadi sebesar 1,093 w/w. Penambahan 15wt% PA meningkatkan *swell ratio* termoset epoksi menjadi 1,387 w/w dan penambahan 20wt% PA meningkatkan *swell ratio* menjadi sebesar 1,913 w/w. Semakin banyak PA yang ditambahkan pada termoset epoksi/PA, maka *swell ratio* juga akan meningkat. Peningkatan *swell ratio* menurunkan *crosslink density* termoset epoksi/PA.

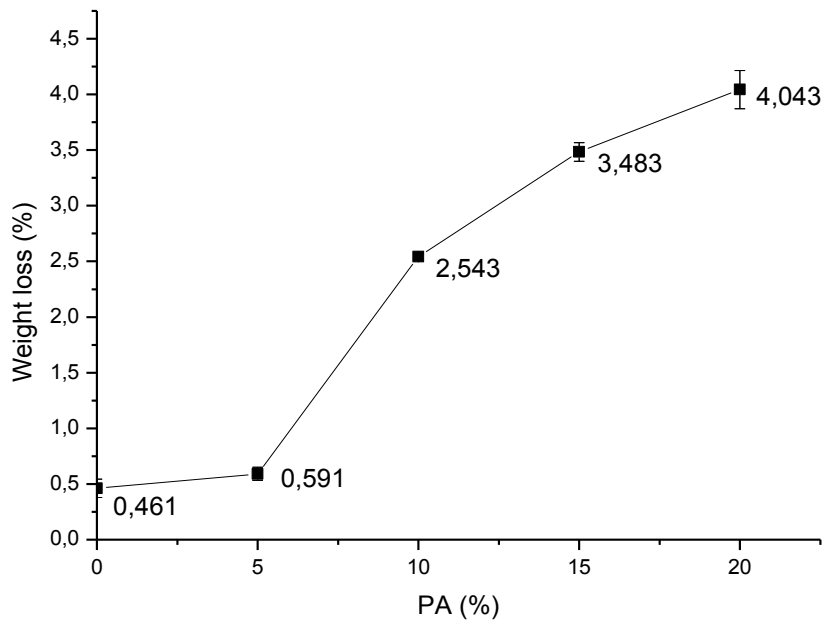
#### 4.5.3.2 Hasil Pengujian *Chemical Resistance*

Pengujian *chemical resistance* pada termoset epoksi/PAA/PA menggunakan prosedur yang sama dengan termoset epoksi/PAA/RTV *silicone rubber* yang didasarkan pada standar ASTM D543 – 95. Pengujian *chemical resistance* meliputi pengujian dalam suasana asam (HCl 10%) dan dalam suasana basa (NaOH 10%). Hasil pengujian *chemical resistance* dapat dilihat pada Gambar 4.37.



Gambar 4.37 Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/PA saat direndam dalam HCl 10%, 72 jam

Gambar 4.37 menunjukkan perbedaan jumlah massa termoset epoksi/PAA yang hilang dari pengujian *chemical resistance* karena pengaruh penambahan PA. Pengujian dilakukan pada suasana asam. Dari gambar tersebut dapat dilihat massa yang hilang setelah perendaman pada suasana asam. Massa termoset yang hilang tanpa penambahan PA sebesar 0,181%. Penambahan 5wt% PA menyebabkan massa yang hilang meningkat menjadi 1,301%. Penambahan 10wt% PA meningkatkan massa yang hilang menjadi sebesar 2,210%. Penambahan 15wt% PA menyebabkan adanya peningkatan massa termoset yang hilang menjadi sebesar 3,074%. Penambahan 20wt% PA meningkatkan jumlah massa yang hilang menjadi sebesar 4,536%. Dapat dilihat bahwa semakin banyak PA yang ditambahkan, maka jumlah massa yang hilang akan semakin besar. Terjadi peningkatan jumlah massa yang hilang sampai pada komposisi 20wt% PA.



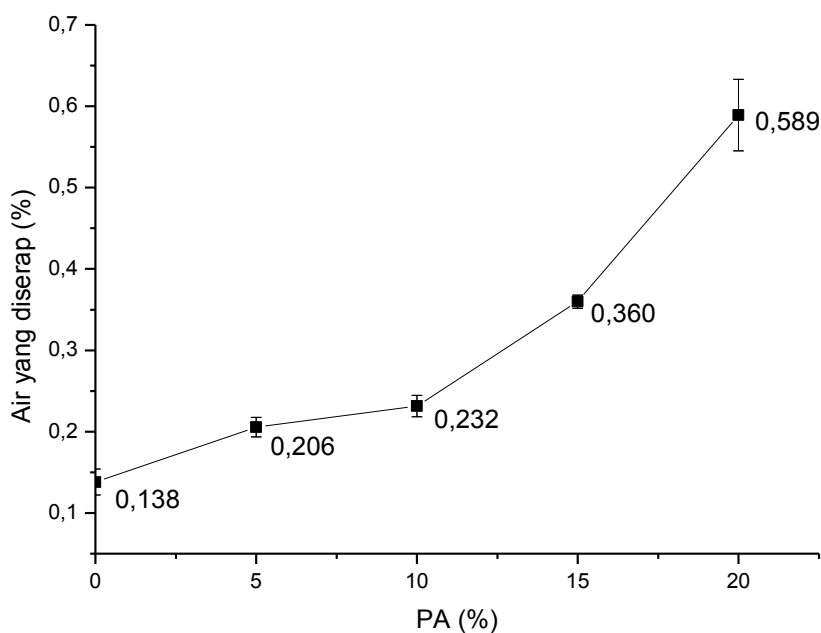
Gambar 4.38 Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/PA saat direndam dalam NaOH 10%, 72 jam

Gambar 4.38 menunjukkan perubahan jumlah massa yang hilang saat dilakukan pengujian *chemical resistance* pada suasana basa. Dari Gambar 4.38 dapat dilihat jumlah massa yang hilang tanpa penambahan PA sebesar 0,461%.

Penambahan 5wt% PA meningkatkan massa yang hilang menjadi sekitar 0,591%. Penambahan 10wt% PA meningkatkan jumlah massa yang hilang menjadi sebesar 2,543%. Penambahan 15wt% PA meningkatkan massa yang hilang menjadi 3,483% dan penambahan 20wt% PA merubah jumlah massa yang hilang menjadi sebesar 4,043%. Berdasarkan gambar tersebut dapat disimpulkan bahwa penambahan PA meningkatkan jumlah massa yang hilang dari termoset epoksi/PAA/PA.

#### 4.5.3.3 Pengujian Penyerapan Air

Pengujian penyerapan air pada termoset epoksi/PAA/PA mengacu pada standar ASTM D 570-98. Pengujian ini bertujuan untuk mengukur kemampuan termoset dalam menyerap air. Hasil pengujian penyerapan air dapat dilihat pada Gambar 4.39.



Gambar 4.39 Pengaruh penambahan PA terhadap perubahan penyerapan air dari termoset epoksi/PAA/PA saat direndam dalam air selama 48 jam

Gambar 4.39 menunjukkan perubahan jumlah air yang diserap oleh termoset epoksi/PAA karena pengaruh penambahan PA. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa jumlah air yang diserap oleh termoset tanpa penambahan PA sebesar



0,138%. Penambahan 5wt% PA meningkatkan jumlah air yang diserap menjadi sebesar 0,206%. Penambahan 10wt% PA meningkatkan jumlah air yang diserap menjadi 0,232%. Penambahan 15wt% PA meningkatkan jumlah air yang diserap oleh termoset menjadi 0,360% dan penambahan 20wt% PA meningkatkan jumlah air yang diserap menjadi 0,589%. Dari Gambar 4.39 dapat disimpulkan bahwa semakin banyak jumlah PA yang ditambahkan pada termoset epoksi/PAA/PA, maka jumlah air yang diserap oleh termoset tersebut akan semakin besar. Material yang mengandung banyak pelarut yang terjebak saat direndam dan dikeringkan menyebabkan pelarut yang terjebak akan hilang dan akan meninggalkan porositas dan mengurangi massa material setelah dilakukan penimbangan kembali. Porositas yang terbentuk juga menyebabkan molekul air masuk dan mengisi bagian-bagian yang kosong, sehingga air yang diserap menjadi lebih besar.

## Lampiran 1

### **Pengujian dan Pengukuran *Epoxy Equivalen Weight* dan *Equivalen Weight of Amine***

Pengukuran EEW dan EW dari amina berdasarkan ASTM D 1652 dan D 2074. Prosedur penentuan EEW dan EW dari amina sebagai berikut.

#### a. Standarisasi titran

- 1) Preparasi 0,1 N HBr dalam asam asetat glasial dengan cara menambahkan 8 gram HBr ke dalam 500 mL asam asetat.
- 2) Timbang  $0,4 \pm 0,005$  g potassium acid phthalate dan masukkan dalam labu erlenmeyer 50 mL. Timbang juga dalam jumlah yang sama dan letakkan dalam labu erlenmeyer kedua.
- 3) Tambahkan 10 mL asam asetat glasial pada setiap sampel dan panaskan secara perlahan untuk melarutkan phthalate.
- 4) Titrasi sampel, gunakan sekitar 12,5 mL larutan HBr 0,1 N, untuk warna hijau gunakan dua atau tiga tetes indikator metil violet (persamaan 3.1).
- 5) Gunakan indikator dengan jumlah yang sama untuk setiap sampel
- 6) Larutan akan berubah dari ungu gelap, kemudian terang, biru sampai berwarna hijau. Perubahan warna akhir harus jelas.

#### b. Penentuan Epoksi ekuivalen atau nilai amina

- 1) Timbang berat  $1,0 \pm 0,001$  g dari 75% resin epoksi,  $0,4 \pm 0,001$  g 100% resin epoksi, atau  $0,4 \pm 0,001$  g dari sampel 70% resin poliamida dalam gelas kimia 100 mL (0,75 atau 0,35 g untuk 100% sampel)
- 2) Gunakan kuantitas sampel yang akan menghasilkan 0,001 – 0,002 g ekuivalen dari gugus epoksi (persamaan 3.2 dan 3.3).
- 3) Jalankan juga pada sampel kedua (duplikat).
- 4) Larutkan sampel dalam 10 mL metil isobutylketon (MIBK). Sesaat sebelum titrasi, tambahkan 10 mL asam asetat glasial ke dalam sampel, dan titrasi dengan HBr yang telah distandarisasi kepada warna yang sama dengan standar. Poin terakhir untuk nilai amina tidak sama dengan prosedur epoksi. Larutan amina berubah seperti susu, kemudian hijau.

Untuk menentukan normalitas dari larutan HBr dapat dilihat pada persamaan 3.1 berikut ini.

$$\text{Normalitas larutan HBr} = \frac{\text{berat potassium acid phthalate} \times 1000}{204,2 \times \text{mL dari HBr}} \quad (3.1)$$

Untuk menentukan Epoksi ekuivalen dari resin epoksi dapat menggunakan persamaan 3.2 berikut ini.

$$\text{Epoksi ekuivalen} = 1000 \times \frac{\text{berat sampel} \times \% \text{ NVM (fraksi)}}{\text{Normalitas dari HBr} \times \text{mL dari HBr}} \quad (3.2)$$

Untuk menentukan nilai amina dari resin poliamida dapat menggunakan persamaan 3.3.

$$\text{Nilai amina} = \frac{\text{mL dari HBr} \times \text{Normalitas HBr} \times 56,1}{\text{berat poliamida} \times \% \text{ NVM (fraksi)}} \quad (3.3)$$

### Data Perhitungan *Epoxy Equivalen Weight* dan *Equivalen Weight of Amine*

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Normalitas larutan HBr I} &= \frac{\text{Berat potassium acid phthalate} \times 1000}{204,2 \times \text{mL dari HBr}} \\
 &= \frac{0,4 \times 1000}{204,2 \times 20,25} = \frac{400}{4135,05} = 0,0967 \text{ N}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Normalitas larutan HBr II} &= \frac{\text{Berat potassium acid phthalate} \times 1000}{204,2 \times \text{mL dari HBr}} \\
 &= \frac{0,4 \times 1000}{204,2 \times 19,65} = \frac{400}{4012,53} = 0,0997 \text{ N}
 \end{aligned}$$

$$\text{Normalitas larutan HBr rata-rata} = (0,0967 + 0,0997) / 2 = 0,0982 \text{ N}$$

$$\begin{aligned}
 2. \text{ Epoksi Equivalen I} &= 1000 \times \frac{\text{berat sampel} \times \% \text{ NVM (fraksi)}}{\text{Normalitas HBr} \times \text{mL HBr}} \\
 &= 1000 \times \frac{0,4 \times 100 \%}{0,0982 \times 25,20} = 1000 \times 0,16164 = 161,64
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Epoksi Equivalen II} &= 1000 \times \frac{\text{berat sampel} \times \% \text{ NVM (fraksi)}}{\text{Normalitas HBr} \times \text{mL HBr}} \\
 &= 1000 \times \frac{0,4 \times 100 \%}{0,0982 \times 25,55} = 1000 \times 0,15943 = 159,43
 \end{aligned}$$

$$\text{Epoksi Equivalen rata-rata} = (161,64 + 159,43) / 2 = 160,535$$

$$\text{EEW atau Equivalent weight} = 160,535 \text{ g/mol}$$

$$\text{Number of epoxy group} = 2$$

$$\begin{aligned}
 \text{Molecular weight (Mw) of epoxy} &= \text{EEW} \times \text{N} = 160,535 \times 2 \\
 &= 321,07 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

$$3. \text{ Nilai Amina I} = \frac{\text{mL HBr} \times \text{Normalitas HBr} \times 56,1}{\text{Berat Poliamida} \times \% \text{ NVM (fraksi)}}$$

$$= \frac{30,55 \times 0,0982 \times 56,1}{0,4 \times 100\%} = 168,3006 / 0,4 = 420,751$$

$$\text{Nilai Amina II} = \frac{\text{mL HBr} \times \text{Normalitas HBr} \times 56,1}{\text{Berat Poliamida} \times \% \text{ NVM (fraksi)}}$$

$$= \frac{28,3 \times 0,0982 \times 56,1}{0,4 \times 100\%} = 155,91 / 0,4 = 389,775$$

$$\text{Nilai amina rata-rata} = (420,751 + 389,775) / 2 = 405,263$$

$$\text{Equivalent weight of amine} = 405,263 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Molecular weight of amine} &= \text{Equivalent weight} \times N = 405,263 \text{ g/mol} \times 4 \\ &= 1621,052 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

## Lampiran 2

### Pengujian dan Pengukuran *Swell Ratio* (ASTM D 2765-01)

Prosedur pengujian dan pengukuran *swell ratio* sebagai berikut.

- a. Letakkan spesimen yang telah ditimbang dalam wadah 8-oz jar; tambahkan  $100 \pm 0,1$  mL xylene dengan pipet otomatis. Pastikan bahwa spesimen telah terendam sempurna dalam pelarut. Tutup 8-oz jar dengan rapat.

Catatan: pelarut harus menutup *swollen test specimen* pada waktu akhir perendaman untuk memperoleh hasil yang reliabel. Pengujian harus diabaikan dan diulang dengan spesimen uji segar jika spesimen tidak tertutup dengan pelarut pada akhir langkah ekstraksi.

- b. Letakkan wadah jar dalam bak minyak hingga level minyak sampai pada atau lebih tinggi daripada level pelarut dalam jar. Temperatur bak minyak harus  $110^{\circ}\text{C}$  (diatas melting point polimer) secara konstan ( $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ ) tidak kurang dari setengah jam setelah jar ditempatkan. Bila perlu, tempatkan pemberat pada jar atau jepit.
- c. Jaga bak minyak pada temperatur yang konstan selama 24 jam dengan agitasi (gangguan).
- d. Keluarkan jar setelah 24 jam dalam bak minyak panas dan pindahkan *swollen test specimen* dengan pinset tanpa penundaan untuk pembersihan, keringkan *weighing bottle* (ukuran *swollen test specimen* menentukan ukuran *weighing bottle* yang digunakan). Pegang *swollen test specimen* dengan perlahan dan hati-hati. Tiup/pukul permukaan. Tutup *weighing bottle*.

Catatan: kehati-hatian harus digunakan untuk penanganan *swollen test specimen* untuk memperoleh hasil yang diharapkan. Benda uji tidak boleh di jepit dengan *forceps*. Perpindahan spesimen uji harus dibuat secepat mungkin. Permukaan tidak boleh ditiup secara berlebihan (terlalu lama atau lebih dari sekali pada setiap sisi); jika berlebihan, permukaan xylene akan dibuang.

Spesimen uji yang terpisah selama waktu perendaman (biasanya derajat *crosslink* yang sangat rendah) dapat ditangkap pada 60 mesh atau layar halus stainless steel dipindahkan ke *weighing bottle* dan diperlakukan dengan cara yang telah disebutkan. Hasil yang diperoleh dari spesimen tersebut memiliki nilai yang terbatas. Jika sistem ini tidak terisi, *swell ratio* akan error karena tidak akan mungkin menghilangkan permukaan xylene, tetapi persen ekstrak akan benar jika semua partikel gel dikumpulkan. Jika sistem terisi penuh, baik *swell ratio* dan persen ekstrak akan keliru karena kehilangan filler.

- e. Letakkan *weighing bottle* dalam desikator, biarkan dingin pada temperatur kamar, dan timbang sampai nst 0,001 g.
- f. Letakkan *weighing bottle* dengan *swollen test specimen* terbuka dalam oven vakum pada 100°C. Gunakan vakum secara perlahan. Dinginkan dengan es kering dan aseton untuk menjepit dan memadatkan uap xylene. Panaskan dalam vakum sampai semua xylene keluar dan ditentukan sebagai berat pengulangan. Pemanasan dapat dilakukan 24 jam. Timbang sampel hasil oven dan tetapkan sebagai berat gel kering

Untuk menentukan swell ratio:

$$\text{Swell ratio} = \frac{\text{massa swollen test} - \text{massa gel kering}}{\text{massa gel kering}} \times (K + 1)$$

Dimana:

Massa swollen tes = massa setelah direndam dalam *xylene*

Massa gel kering = massa setelah dioven

K = rasio antara densitas polimer terhadap densitas pelarut

### Lampiran 3

#### **Pengujian dan Pengukuran Penyerapan Air (ASTM D 570-98)**

Alat dan bahan:

- a. Timbangan analitik
- b. Oven

Ukuran spesimen

- a. Lingkaran (diameter 50,8 dan tebal  $3,2 \pm 0,18$ )

Kondisi Spesimen:

Spesimen dari material dimana nilai penyerapan air akan lumayan dipengaruhi oleh suhu di lingkungan  $110^{\circ}\text{C}$ , harus dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada  $50 \pm 3^{\circ}\text{C}$ , didinginkan dalam desikator, dan segera ditimbang dengan ketelitian 0,001 g

Langkah Kerja:

48 jam perendaman. Spesimen ditempatkan dalam wadah yang mengandung air destilasi pada temperatur  $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ , dan harus berjeda di tepi dan sepenuhnya tenggelam. Pada saat akan selesai 24 jam, setengah jam sebelum selesai, spesimen dikeluarkan dari air satu per satu, semua permukaan air dibersihkan dengan kain bersih, dan langsung ditimbang dengan nearest 0,001 g. Jika spesimen memiliki tebal 1/16 inci atau kurang, maka harus dimasukkan ke dalam botol dan segera ditimbang dalam botol.

Perhitungan:

Persentase peningkatan dalam berat selama perendaman, dihitung sampai ketelitian 0,01 % yaitu:

$$\text{Peningkatan dalam berat, \%} = \frac{\text{berat basah} - \text{berat yang disyaratkan}}{\text{berat yang disyaratkan}} \times 100$$

Persentase material yang hilang selama perendaman, jika ditentukan, dihitung sampai ketelitian 0,01 % yaitu:

$$\text{Material larut yang hilang} = \frac{\text{conditioned weight} - \text{reconditioned weight}}{\text{conditioned weight}} \times 100$$



#### Lampiran 4

##### **Sintesis *Potassium Hydrogen Phthalate*, $C_8H_5KO_4$**

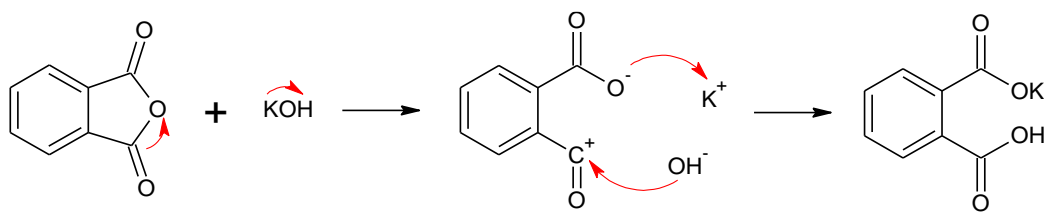
- 1) Sekitar 0,25 mol anhidrida ditimbang dalam beker bersih dan 0,25 mol KOH teknis dilarutkan dalam 200 mL air. Larutan KOH ditambahkan pada phthalic anhydride dan tidak banyak yang terjadi. Jumlah yang sesuai sesuai stoikiometri sekitar 26 g KHP untuk 100 g pelarut.
- 2) Campuran kemudian dipanaskan sampai titik didih, diaduk secara berkelanjutan, dan phthalic anhydride secara perlahan terlarut dalam larutan KOH. Butuh lebih dari 1 jam untuk memperoleh hasil yang diinginkan, yaitu larutan panas KHP. Benih kristal diperoleh dengan “glass rod trick” dan ditambahkan ke dalam larutan. Setelah pendinginan sejenak kemudian didinginkan dalam es. Beberapa jam kemudian benih kristal pertama KHP mentah diperoleh, berdasarkan data teoritis, sekitar 40 g KHP seharusnya diperoleh.



Gambar: KHP setelah dimasukkan dalam lemari es

(sumber: <http://www.sciencemadness.org/talk/viewthread.php?tid=20895>)

- 3) Kristal mentah yang diperoleh kemudian diambil, dicuci dengan air es dan direkristalisasi dari larutan panas.



Gambar: Mekanisme reaksi pembentukan potassium hydrogen phthalate

Perhitungan:

Penentuan massa phthalic anhydride dan KOH

n phthalic anhydride = 0,25 mol

Mr phthalic anhydride = 148,12 g/mol

Massa phthalic anhydride =  $n \times Mr$  =  $0,25 \times 148,12$  = 37,03 g

n KOH = 0,25 mol

Mr KOH = 56,11 g/mol

Massa KOH =  $n \times Mr$  =  $0,25 \times 56,11$  = 14.03 g

## Lampiran 6

### Spesifikasi RTV *silicone rubber*

**Barnes**  
moulding & casting supplies

**BARNES PRODUCTS P/L**  
**SYDNEY HEAD OFFICE**  
6 Homedale Road  
Bankstown NSW 2200  
Tel: (02) 9793 7555  
Fax: (02) 9793 7091

**SYDNEY RETAIL**  
**Barnes Moulding & Casting**  
**Supplies**  
53 King Street  
Newtown NSW 2042  
Tel: (02) 9557 9056

**ADELAIDE**  
**Adelaide Moulding & Casting**  
**Supplies**  
Tel: (08) 8376 2976  
Fax: (08) 8376 2606

**BRISBANE**  
**ARMS Model-IT**  
Tel: (07) 3284 1111  
Fax: (07) 3889 5708

**NEW ZEALAND**  
**Top Mark Products**  
Tel: (64 9) 580 2488  
Fax: (64 9) 580 2466

# RTV585/60R

## GENERAL PURPOSE MOULDMAKING SYSTEM

### RTV SILICONE RUBBER

#### PRODUCT DESCRIPTION

RTV585 is a two component, tin catalysed, RTV silicone rubber. It produces a flexible elastic material with excellent tear strength. RTV585 combines durable tear strength with low hardness. RTV585 displays good dimensional stability, low linear shrinkage and is compatible with a wide variety of casting materials such as plaster, polyurethane, polyester and high alkaline concretes. RTV585 is supplied with 3% catalyst, however it is recommended that under normal conditions, for best overall properties, a catalyst level of 2% is to be used.

#### TYPICAL PRODUCT USES

Multi-purpose Mouldmaking  
Figurine & Gift Ware moulds  
Polyester, Urethane and Plaster Casting  
General Purpose Moulds

#### TYPICAL CATALYSED PROPERTIES – with 2% 60R

Mixed @ 24°C and 50% RH.  
Mix Ratio A:B (by weight): 100:2  
Mixed Viscosity cps : 30,000 – 50,000 mPa s  
Potlife Life: 60 minutes  
Cure/Demould Time: 24 hours

#### TYPICAL CURED PROPERTIES – with 2% 60R

Cured 7 days @ 24°C and 50% RH  
Colour: Off White  
Specific Gravity: 1.2  
Hardness (Shore A): 25  
Tensile Strength (mPa): 4.0  
Modulus at 100% elongation mPa: 1.0  
Elongation at break (%): 350  
Tear Resistance (kN/m): 20  
Linear Shrinkage(%): 0.3 – 0.7

Revision No: 2

Issue Date: 18<sup>th</sup> August 2004

TECHNICAL DATA BULLETIN

The data presented in this leaflet are in accordance with the present state of our knowledge, and does not absolve the user from carefully checking all supplies immediately on receipt. We reserve the right to alter product constants within the scope of technical progress or new developments. The recommendations made in this leaflet should be checked by preliminary trials because of conditions during processing over which we have no control, especially where other companies' raw materials are also being used. Recommendations for use do not constitute a warranty, either expressed or implied, of the fitness or suitability of the product for a particular purpose.

**[www.barnesproducts.com.au](http://www.barnesproducts.com.au)**

## Lampiran 7

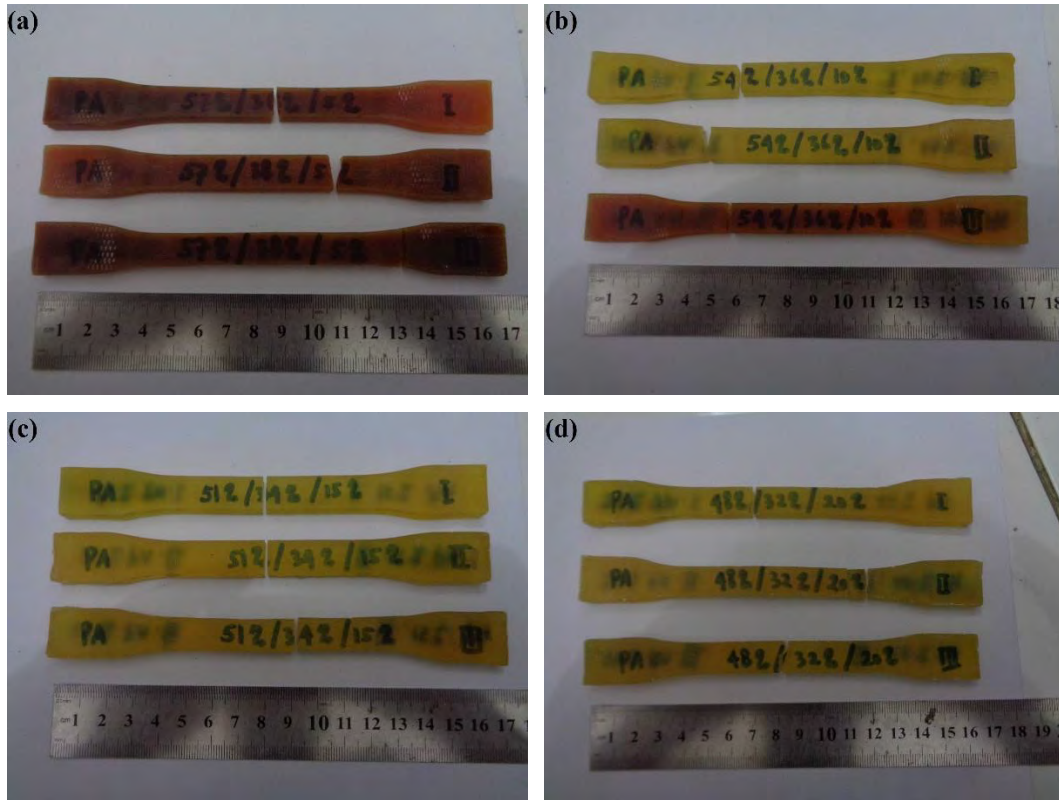
### Gambar Spesimen Hasil Uji Tarik Termoset Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber*



Gambar. Spesimen hasil uji tarik; (a) termoset epoksi/PAA, (b) termoset epoksi/PAA/5wt% RTV *silicone rubber*, (c) termoset epoksi/PAA/10wt% RTV *silicone rubber*, (d) termoset epoksi/PAA/15wt% RTV *silicone rubber*, (e) termoset epoksi/PAA/20wt% RTV *silicone rubber*

Lampiran 8

**Gambar Spesimen Hasil Uji Tarik Termoset  
Epoksi/PAA/PA**



Gambar. Spesimen hasil uji tarik; (a) termoset epoksi/PAA/5wt% PA, (b) termoset epoksi/PAA/10wt% PA, (c) termoset epoksi/PAA/15wt% PA, (d) termoset epoksi/PAA/20wt% PA

Lampiran 9

**Gambar Spesimen Hasil Impak Termoset  
Epoksi/PAA/RTV *silicone rubber***



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

Gambar. Spesimen hasil uji impak; (a) termoset epoksi/PAA, (b) termoset epoksi/PAA/5wt% RTV *silicone rubber*, (c) termoset epoksi/PAA/10wt% RTV *silicone rubber*, (d) termoset epoksi/PAA/15wt% RTV *silicone rubber*, (e) termoset epoksi/PAA/20wt% RTV *silicone rubber*

Lampiran 10

**Gambar Spesimen Hasil Impak Termoset  
Epoksi/PAA/PA**



(a)



(b)

Gambar. Spesimen hasil uji tarik; (a) termoset epoksi/PAA/5wt% PA, (b)  
termoset epoksi/PAA/10wt% PA

Lampiran 11

**Data Hasil Pengujian Tarik Pendahuluan termoset  
Epoksi/PAA/ RTV *silicone rubber***

a. Temperatur *curing* 230°C

Epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i>	Regangan ( $\epsilon$ )	Tegangan ( $\sigma$ ), MPa	Elongation at break, %
60/40/0	0,034053849	55,69194	3,405384907
57/38/5	0,012030075	17,111728	1,203007519
54/36/10	0,029809886	39,58538	2,980988593
51/34/15	0,022028766	27,028084	2,202876609
48/32/20	0,013071402	7,82717	1,307140159

b. Temperatur *curing* 200°C

Epoksi/PAA/RTV <i>silicone rubber</i>	Regangan ( $\epsilon$ )	Tegangan ( $\sigma$ ), MPa	Elongation at break, %
60/40/0	0,044410646	53,925972	4,441064639
57/38/5	0,041853399	44,616711	4,185339916
54/36/10	0,030490566	38,346516	3,049056604
51/34/15	0,021287879	24,8000928	2,128787879
48/32/20	0,019342652	23,501354	1,934265206

c. Temperatur *curing* 150°C

Epoksi/PAA/PDMS	Regangan ( $\epsilon$ )	Tegangan ( $\sigma$ ), MPa	Elongation at break, %
60/40/0	0,046376812	51,8856	4,637681159
57/38/5	0,047098976	46,184049	4,709897611
54/36/10	0,018867925	28,057915	1,886792453
51/34/15	0,016969697	18,89574	1,696969697
48/32/20	0,022280967	20,0985336	2,228096677



d. Temperatur *curing* 100°C

Epoksi/PAA/PDMS	Regangan ( $\epsilon$ )	Tegangan ( $\sigma$ ), MPa	Elongation at break, %
60/40/0	0,046223909	49,668396	4,622390892
57/38/5	0,037717309	36,894747	3,771730915
54/36/10	0,025388405	32,729694	2,53884047
51/34/15	0,019288956	26,151067	1,928895613
48/32/20	0,01657835	17,585082	1,657834974

e. Temperatur *curing* 50°C

Epoksi/PAA/PDMS	Regangan ( $\epsilon$ )	Tegangan ( $\sigma$ ), MPa	Elongation at break, %
60/40/0	0,039240987	55,162406	3,924098672
57/38/5	0,037020144	46,41497	3,702014443
54/36/10	0,029545455	33,10393	2,954545455
51/34/15	0,017279272	21,029816	1,727927245
48/32/20	0,019569324	20,664013	1,956932376

f. Temperatur *curing* 27°C

Epoksi/PAA/PDMS	Regangan ( $\epsilon$ )	Tegangan ( $\sigma$ ), MPa	Elongation at break, %
60/40/0	0,04280303	50,306129	4,28030303
57/38/5	0,03570348	39,849244	3,570347958
54/36/10	0,027458396	33,987431	2,745839637
51/34/15	0,019810964	24,547464	1,981096408
48/32/20	0,021893939	22,923117	2,189393939

Lampiran 12

**Data Hasil Standar Error**

Lampiran 12

**Data Hasil Uji Tarik, Varian, Standar Deviasi, dan Standar Error**

a. Data Kekuatan Tarik Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	$\sigma$ (MPa)			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	$\sigma$ (MPa) $\pm$ SE
0%	56,73	53,66	52,77	4,316433333	2,077602785	1,199504527	54,39 $\pm$ 1,199
5%	44,67	44,38	38,24	13,1881	3,631542372	2,096671966	42,43 $\pm$ 2,097
10%	41,27	41,23	39,5	1,021233333	1,0105609	0,583447608	40,67 $\pm$ 0,583
15%	32,67	30,58	29,33	2,8477	1,687512963	0,974286063	30,86 $\pm$ 0,974
20%	23,08	22,85	22,47	0,0949	0,308058436	0,177857621	22,80 $\pm$ 0,178

b. Data *Elongation at break* Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	Elongasi (%)			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Elongasi $\pm$ SE
0%	4,73	4,67	4,35	0,041733333	0,204287379	0,117945373	4,58 $\pm$ 0,118
5%	3,67	3,22	3,15	0,079633333	0,282193787	0,162924659	3,35 $\pm$ 0,163
10%	4	3,76	3,72	0,022933333	0,151437556	0,087432514	3,83 $\pm$ 0,087
15%	3,82	3,38	2,96	0,184933333	0,430038758	0,248282993	3,39 $\pm$ 0,248
20%	2,83	2,78	2,16	0,1393	0,373229152	0,215483951	2,59 $\pm$ 0,215

c. Data Kekuatan Tarik Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	$\sigma$ (MPa)			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	$\sigma$ (MPa) $\pm$ SE
0%	56,73	53,66	52,77	4,316433333	2,077602785	1,199504527	54,39 $\pm$ 1,199
5%	20,16	18,89	19,78	0,4249	0,65184354	0,376342043	19,61 $\pm$ 0,376
10%	9,96	8,27	7,04	2,149233333	1,466026375	0,846410722	8,42 $\pm$ 0,846
15%	8,4	7,58	7,78	0,1828	0,427551167	0,246846781	7,92 $\pm$ 0,247
20%	4,78	4,55	5,6	0,304633333	0,551935987	0,31866039	4,98 $\pm$ 0,319

d. Data *Elongation at break* Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	Elongasi (%)			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Elongasi $\pm$ SE
0%	4,73	4,67	4,35	0,041733333	0,204287379	0,117945373	4,58 $\pm$ 0,118
5%	7,68	8,09	8,34	0,111033333	0,333216646	0,19238272	8,04 $\pm$ 0,192
10%	15,13	18,53	17,22	2,9407	1,714846932	0,990067338	16,96 $\pm$ 0,990
15%	21,05	20,65	22,96	1,524033333	1,23451745	0,712748982	21,55 $\pm$ 0,713
20%	12,83	11,41	12,16	0,504633333	0,710375488	0,410135479	12,13 $\pm$ 0,410

Lampiran 13

**Data Hasil Uji Kekerasan, Varian, Standar Deviasi, dan Standar Error**

a. Data Kekerasan Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	Kekerasan			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Kekerasan $\pm$ SE
0%	77	77,4	77,2	0,04	0,2	0,115470054	77,20 $\pm$ 0,115
5%	72,8	75,2	74,6	1,56	1,2489996	0,721110255	74,20 $\pm$ 0,721
10%	71,2	72	72,4	0,373333333	0,611010093	0,352766841	71,87 $\pm$ 0,353
15%	68,6	69,4	70,8	1,24	1,113552873	0,642910051	69,60 $\pm$ 0,643
20%	66,8	68,2	66,2	1,053333333	1,026320288	0,592546294	67,07 $\pm$ 0,592

b. Data Kekerasan Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	Kekerasan			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Kekerasan $\pm$ SE
0%	77	77,4	77,2	0,04	0,2	0,115470054	77,20 $\pm$ 0,115
5%	75,4	78,4	77,6	2,413333333	1,553490693	0,89690827	77,13 $\pm$ 0,897
10%	73,6	75	74,6	0,52	0,721110255	0,4163332	74,40 $\pm$ 0,416
15%	73	72,6	74	0,52	0,721110255	0,4163332	73,20 $\pm$ 0,416
20%	75,8	70,8	72,8	6,333333333	2,516611478	1,452966315	73,13 $\pm$ 1,453

Lampiran 14

**Data Hasil Uji Impak, Varian, Standar Deviasi, dan Standar Error**

a. Data Energi Impak Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	Energi Impak (Ei), J			Varian (s <sup>2</sup> )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Ei±SE
0%	0,08632	0,12947		0,000930865	0,030510087	0,02157389	0,1079±0,022
5%	0,15096	0,2156		0,002089051	0,045706134	0,032319118	0,1833±0,032
10%	0,19389	0,21466		0,000215696	0,014686608	0,010385	0,2043±0,010
15%	0,27916	0,30844		0,000428747	0,020706208	0,0146415	0,2938±0,015
20%	0,12947	0,13157		2,205E-06	0,001484924	0,00105	0,1305±0,001

b. Data Kekuatan Impak Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	Kekuatan Impak (Is), J			Varian (s <sup>2</sup> )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Is±SE
0%	2249,91	2465,62		23266,2649	152,5328322	107,857	2357,77±107,857
5%	3430,95	3682,63		31671,4112	177,9646347	125,84	3556,79±125,840
10%	4071,58	4399,82		53871,40528	232,1021441	164,121	4235,7±164,121
15%	5969,88	6380,01		84103,30845	290,0057042	205,065	6174,95±205,065
20%	3169,35	3442,2		37223,56125	192,9340852	136,425	3305,78±136,425

c. Data Energi Impak Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	Energi Impak (Ei), J			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Ei±SE
0%	0,0863	0,1294		0,000930865	0,030510087	0,02157389	0,1079±0,022
5%	0,1079	0,1295		0,000232626	0,015252094	0,010784859	0,1187±0,011
10%	0,0863	0,0863		0	0	0	0,0863±0,000
15%	0,2585	0,3014		0,000921457	0,030355515	0,02146459	0,2799±0,021
20%	0,3655	0,4295		0,002050643	0,045284026	0,032020642	0,3975±0,032

d. Data Kekuatan Impak Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	Kekuatan Impak (Is), J			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Is±SE
0%	2249,91	2465,62		23266,2649	152,5328322	107,857	2357,77±107,857
5%	2199,58	2615,51		86500,38634	294,1094802	207,9668079	2407,55±207,967
10%	1763,83	1783,65		196,3817274	14,01362649	9,90913032	1773,74±9,909
15%	3212,50	3815,89		182042,08	426,6638958	301,696934	3514,20±301,697
20%	5318,69	5582,26		34735,62674	186,3749627	131,787	5450,48±131,787

Lampiran 15

**Data Hasil Uji Swell Ratio, Varian, Standar Deviasi, dan Standar Error**

a. Data *Swell Ratio* Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	Swell ratio (Sr), w/w			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Sr $\pm$ SE
0%	0,78083	0,86282	0,73291	0,004315798	0,065694733	0,037928872	0,7922 $\pm$ 0,038
5%	1,15246	1,35747	0,91187	0,049746068	0,223038267	0,128771203	1,1406 $\pm$ 0,129
10%	1,26069	1,30521	1,1562	0,005850104	0,07648597	0,044159195	1,2407 $\pm$ 0,044
15%	1,3989	1,3989	1,15519	0,019798675	0,140707766	0,081237667	1,3177 $\pm$ 0,081
20%	1,45189	1,89218	1,43105	0,067821283	0,260425197	0,150356558	1,5917 $\pm$ 0,150

b. Data *Swell Ratio* Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	Swell ratio (Sr), w/w			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Sr $\pm$ SE
0%	0,7922	0,87419	0,74429	0,00431529	0,065690865	0,037926638	0,8036 $\pm$ 0,038
5%	0,9063	0,92382	0,63138	0,026901518	0,164016824	0,094695157	0,8205 $\pm$ 0,095
10%	1,0739	1,25744	0,94806	0,024206437	0,15558418	0,089826568	1,0931 $\pm$ 0,089
15%	1,3989	1,42551	1,33676	0,002074339	0,045544912	0,026295367	1,3871 $\pm$ 0,026
20%	1,8778	2,01466	1,84515	0,008088387	0,08993546	0,051924262	1,9125 $\pm$ 0,052



Lampiran 16

**Data Hasil Uji Penyerapan Air, Varian, Standar Deviasi, dan Standar Error**

a. Data Penyerapan Air Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber*

Komposisi	Water Adsorption (Wa), %			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Wa $\pm$ SE
0%	0,12577	0,1702	0,11821	0,000788939	0,028088053	0,016216645	0,1381 $\pm$ 0,016
5%	0,16334	0,17183	0,1212	0,000735205	0,02711466	0,015654656	0,1521 $\pm$ 0,016
10%	0,23881	0,25204	0,22694	0,000157684	0,012557244	0,007249928	0,2393 $\pm$ 0,007
15%	0,20979	0,22117	0,17612	0,000548766	0,023425745	0,01352486	0,2024 $\pm$ 0,013
20%	0,25923	0,26902	0,22534	0,000525365	0,022920846	0,013233357	0,2512 $\pm$ 0,013

b. Data Penyerapan Air Termoset Epoksi/PAA/wt%PA

Komposisi	Water Adsorption (Wa), %			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Wa $\pm$ SE
0%	0,126	0,170	0,118	0,000788939	0,028088053	0,016216645	0,1381 $\pm$ 0,016
5%	0,201	0,228	0,188	0,000421655	0,02053424	0,011855449	0,2055 $\pm$ 0,012
10%	0,229	0,255	0,211	0,000478153	0,021866721	0,012624757	0,2315 $\pm$ 0,013
15%	0,359	0,374	0,345	0,000208091	0,01442535	0,00832848	0,3598 $\pm$ 0,008
20%	0,609	0,654	0,505	0,005847726	0,076470424	0,04415022	0,5893 $\pm$ 0,044

Lampiran 17

**Data Hasil *Chemical Resistance*, Varian, Standar Deviasi, dan Standar Error**

a. Data *Chemical Resistance* Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber* Suasana Asam

Komposisi	Ekstrak, %			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Eks $\pm$ SE
0%	0,1657	0,1743	0,2033	0,00038812	0,019700761	0,01137424	0,181 $\pm$ 0,011
5%	0,4063	0,4184	0,3953	0,000133503	0,011554364	0,006670915	0,407 $\pm$ 0,007
10%	0,5253	0,4739	0,4335	0,002116893	0,046009709	0,026563718	0,478 $\pm$ 0,026
15%	0,7332	0,8212	0,7042	0,003712333	0,06092892	0,035177329	0,753 $\pm$ 0,035
20%	1,111	1,0352	1,0212	0,00233428	0,048314387	0,027894324	1,056 $\pm$ 0,028

b. Data *Chemical Resistance* Termoset Epoksi/PAA/wt%RTV *silicone rubber* Suasana Basa

Komposisi	Ekstrak, %			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Eks $\pm$ SE
0%	0,3178	0,4601	0,6053	0,020664763	0,143752438	0,082995509	0,461 $\pm$ 0,083
5%	0,6555	0,7779	0,7035	0,00380352	0,061672684	0,035606741	0,712 $\pm$ 0,036
10%	0,7621	0,7444	0,9033	0,007583323	0,087082279	0,050276977	0,803 $\pm$ 0,050
15%	0,9071	0,8663	0,9375	0,001276373	0,035726367	0,020626628	0,904 $\pm$ 0,021
20%	0,9485	0,9456	0,8364	0,004083243	0,063900261	0,036892833	0,910 $\pm$ 0,037

c. Data *Chemical Resistance* Termoset Epoksi/PAA/wt%PA Suasana Asam

Komposisi	Ekstrak, %			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Eks $\pm$ SE
0%	0,1657	0,1743	0,2033	0,00038812	0,019700761	0,01137424	0,181 $\pm$ 0,011
5%	1,548	0,9259	1,4286	0,108995343	0,330144428	0,190608974	1,301 $\pm$ 0,191
10%	2,5281	1,1811	2,9221	0,833454333	0,912937201	0,527084539	2,210 $\pm$ 0,527
15%	2,8019	2,4793	3,9419	0,590478253	0,768425828	0,443650859	3,074 $\pm$ 0,444
20%	3,6901	5,3941	4,5248	0,726003763	0,852058545	0,49193623	4,536 $\pm$ 0,492

d. Data *Chemical Resistance* Termoset Epoksi/PAA/wt%PA Suasana Basa

Komposisi	Ekstrak, %			Varian ( $s^2$ )	Standar Deviasi (SD = s)	Standar Error (SE)	Eks $\pm$ SE
0%	0,3178	0,4601	0,6053	0,020664763	0,143752438	0,082995509	0,461 $\pm$ 0,083
5%	0,4988	0,5746	0,7001	0,010336263	0,101667415	0,05869771	0,591 $\pm$ 0,059
10%	2,4844	2,5813	2,5632	0,002654443	0,05152129	0,029745831	2,543 $\pm$ 0,029
15%	3,3312	3,5012	3,6167	0,020625083	0,143614356	0,082915787	3,483 $\pm$ 0,083
20%	4,383	3,8272	3,9199	0,088661423	0,297760681	0,17191221	4,043 $\pm$ 0,172

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan hal-hal sebagai berikut.

1. Penambahan RTV *silicone rubber* dan *phthalic anhydride* mempengaruhi sifat mekanik termoset epoksi. Penambahan RTV *silicone rubber* menurunkan kekuatan tarik, *elongation at break* dan kekerasan material termoset epoksi. Namun, energi dan kekuatan tarik mengalami peningkatan pada penambahan 15% RTV *silicone rubber*. Energi dan kekuatan impak berturut-turut sebesar 0,294 J dan 6175 J/m<sup>2</sup>. Penambahan *phthalic anhydride* menurunkan kekuatan tarik dan kekerasan material. Namun, *elongation at break* meningkat maksimum pada penambahan 15% PA. Energi dan kekuatan impak meningkat sebanding dengan penambahan PA.
2. Penambahan RTV *silicone rubber* dan *phthalic anhydride* mempengaruhi sifat termal termoset epoksi. Penambahan RTV *silicone rubber* meningkatkan stabilitas termal termoset epoksi. Penambahan 15% RTV *silicone rubber* mencapai temperatur degradasi maksimum sebesar 327,61°C. Penambahan *phthalic anhydride* menurunkan stabilitas termal termoset epoksi.
3. Penambahan RTV *silicone rubber* dan *phthalic anhydride* mempengaruhi sifat fisika dan kimia termoset epoksi. Penambahan RTV *silicone rubber* menaikkan *swell ratio* material termoset epoksi. Hal ini berarti derajat *crosslinking* mengalami penurunan. Penambahan RTV *silicone rubber* juga menurunkan *chemical resistance* dan penyerapan air. Penambahan *phthalic anhydride* menaikkan *swell ratio* yang artinya terjadi penurunan derajat *crosslinking*. Penambahan PA juga menurunkan *chemical resistance* dan penyerapan air.

## 5.2 Saran

Adapun saran dari penelitian ini sebagai berikut.

1. Hendaknya melakukan pengujian tambahan berupa pengujian viskositas, *fracture toughness*, *flexural* dan uji *adhesif* untuk aplikasi *coating* kapal.
2. Melakukan pengujian lain untuk pengembangan seperti untuk aplikasi *electrical materials* dan *smart materials*.
3. Melakukan penelitian yang serupa dengan perbedaan temperatur sebagai faktor untuk menganalisa respon berupa *mechanical properies*, *thermal stability*, *physics* dan *chemical properties*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aronhime, M.T. dan Gillham, J.K., (1986), Time-Temperature-Transformation (TTT) Cure Diagram of Thermosetting Polymeric Systems. *Advanced in Polymer Science*, Springer.
- ASTM International D 570-98, *Standard Test Method for Water Absorption of Plastics*, United States
- ASTM International D 638-03, (2004), *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*, United States
- ASTM International D 2240-03, (2003), *Standard Test Methods for Rubber Property – Durometer Hardness*, United States
- ASTM International D 2765-01, (2001), *Standard Test Methods for Determination of Gel Content and Swell Ratio of Crosslinked Ethylene Plastics*, United States
- ASTM International D 1652 and D 2074, (2014), *Determining Epoxide Equivalent and Amine Value of Resins*, Texas Department of Transportation
- ASTM International E 168-99, (2004), *Standard Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis*, United States
- ASTM International E 986-97, (1997), *Standard Practice for Scanning Electron Microscope Beam Size Characterization*, Gaithersburg
- ASTM International E 1252-98, (2002), *Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis*, United States
- Bell, B.M., dkk, (2008), Glycerin as Renewable FeedStock for Epichlorohydrin Production. The GTE Process. Article, 36(8), 657-661
- Billmeyer, F.W.,(1984), *Textbook of Polymer Science*, 3<sup>rd</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc: New York
- Callister, W.D. dan R, D.G., (2009), *Materials Science and Engineering an Introduction*, 8<sup>rd</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc: USA
- Cao, J., Hu, J., Fan, H., Wan, J. dan Li, B., (2014), Novel Silicone-phenyl Contained Amine Curing Agent for Epoxy Resin: 1. Non-isothermal cure and Thermal Decomposition. Journal, 593 (2014) 30-36
- Chodroff, S., Kapp, R. dan Beckmann, C.O., (1946), The Reaction of Certain Secondary Amine with Phthalic Anhydride. A New Synthesis of  $\beta$ -Alanine, National Oil Product Company, Nopco Chemical Devision
- Dalgarno, S.J, dkk, (2005), A Complex 3D ‘Wafy Brick Wall’ coordination Polymer Based on p-sulfonatocalix[8]arene. Journal NJC. Vol. 29, Hal. 649-652
- Deopura, B.L., Alagirusamy, R., Joshi, M. dan Gupta, B., (2009), *Polyesters and Polyamides*, CRC Press LLC, Inc: North America
- Dong, F., Diao, S., Ma, D., Zhang, S. & Feng, S., (2015), Preparation and Characterization of 3-chloropropyl polysiloxane-based heat-curable Silicone Rubber using Polyamidoamine Dendrimers. Journal Reactive and Functional Polymers. Vol. 96. Hal. 14-20

- Duemichen, E., Javdanitehran, M., Erdmann, M., Trappe, V., Sturm, H., Braun, U. dan Ziegmann, G., (2015), Analyzing The Network Formation and Curing Kinetics of Epoxy Resins by In Situ Near-Infrared Measurement with Variable Heating Rates. *Journal*, Vol. 616, Hal: 49-60
- Fache, M., Monteremal, C., Boutevin, B., and Caillol, S., (2015), Amine Hardeners and Epoxy Cross-Linker from Aromatic Renewable Resources. *European Polymer Journal*, Vol. 73, Hal. 344-362
- Grabovac, I., (2005), *Composite Reinforcement for Naval Ships: Concept Design, Analysis and Demonstration*, Tesis Ph.D., RMIT University
- Gupta, P. dan Bajpai, M., (2011), Development of Siliconized Epoxy Resins and Their Application as Anticorrosive Coatings. *Journal Advances in Chemical engineering and Science*. Vol. 1, Hal: 133-139
- Hudgin, D.E, (2006), *Plastics Technology Handbook*, 4<sup>rd</sup> edition, Taylor and Francis Group, LLC
- <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov>
- Jana, S.K., dkk, (2003), Bisphenol F Synthesis over Mesoporous Aluminosilicate MCM-41 Molecular Sieves. *Journal Catalysis Letters*. Vol. 90, Hal. 143-147
- Jana, S.K., dkk, (2005), Selective Synthesis of Bisphenol F Catalyzed by Microporous H-beta Zeolite. *Journal Applied Catalysis*. Vol. 288, Hal. 80-85
- JIS Z 2242, (1993), Method of Impact Test for Metallic Materials
- Kolar, F. dan Svitilova, J., (2007), Kinetics and Mechanism of Curing Epoxy/Anhydride Systems, *Journal Acta Geodyn, Geomater*, Vol. 4, No.3, Hal. 85-92
- Kumar, A. dan Gupta, R.K., (2003), *Fundamentals of Polimer Engineering*. 2<sup>nd</sup> edition, Revised and Expanded. Marcel. Dekker, Inc.: New York
- Li, C., Zuo, C., Fan, H., Yu, M. dan Li, B., (2012), Novel Silicone Aliphatic Amine Curing Agent for Epoxy Resin: 1,3-Bis(2-aminoethylaminomethyl) tetramethyldisiloxane.1. Non-isothermal cure and thermal cure decomposition property. *Journal*, 545 (2012) 75-81
- Li, H., (1998), Synthesis, Characterization and Properties of Vinyl Ester Matrix Resins, Dissertation, Department of Polymer Science and Technology, Blackburg, Virginia
- Li, H.T., Lin, M.S., Chuang, H.R., dan Wang, M.W., (2005), Siloxane- and Imide-modified Epoxy Resin Cured with Siloxane-containing Dianhydride, *Journal of Polymer Research*, Vol. 12, hal 385-391
- Liao, C., dkk, (2012), Bisphenol S, a New Bisphenol Analogue, in Paper Product and Currency Bills and Its Association with Bisphenol A Residues. *Article Environmental Science and Technology*. Vol. 46, Hal. 6515-6522
- Lin, C.T., Lee, H.T. dan Chen, J.K., (2015), Preparation and Properties of Bisphenol-F Based Boron-Phenolic Resin/Modified Silicon Nitride Composites and Their usage as Binders for Grinding Wheels. *Journal Applied Surface Science*. Vol. 330, Hal. 1-9
- Liu, G.X., dkk, (2008), A Novel 3D Europium (III) Coordinates Polymer Constructed from 3,5-Pyridinedicarboxylate Acid: Synthesis, Crystal

- Structure and Emission Spectrum. *Journal Inorg Organomet Polym.* Vol. 18, Hal. 457-462
- Liu, Y., Yang, Guo., Xiao, H.M., Feng, Q.P., dan Fu, S.Y., (2013), Mechanical Properties of Cryogenic Epoxy Adhesives: Effects of Mixed Curing Agent Content. *Journal*, Vol. 41, March 2013, 113-118
- Matejka, L., Lovy, J., Pokorny, S., Bouchal, K. and Dusek, K., (1983), Curing Epoxy Resins With Anhydrides. Model Reaction and Reaction Mechanism, *Journal of Polymer Science*, Vol. 21, Hal. 2873-2885
- Ming, Z., Xuefeng, A., Bangming, T., Xiaosu, Y., (2008), TTT Diagram Used to Control Phase Structure of 2/4 Functional Epoxy Blends for Advanced Composites, *Chinese Journal of Aeronautics*, Vol. 22, No. 4, hal. 449 - 452
- O'Neil, M.J, (2006), *An Encyclopedia of Chemical, Drugs, and Biologicals*. Whitehouse Station, NJ: Merck and Co., Inc., 2006., p.212
- Osswald, T.A. dan Menges, G., (2012), *Material Science of Polymers for Engineers*, 3<sup>rd</sup> edition, Hanser Publication: Germany
- Pascault, J.P. & Williams, R.J.J., (2010), *Epoxy Polymers, New Materials and Innovations*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
- Patel, R.H. & Patel, R.G, (1990), Studies on the Kinetics of Curing and Thermal Stability of a Novel Tetrafunctional Epoxy Resin, *N,N,N',N'*-Tetraglycidyl-2,2- Bis - [4-(*p*-Aminophenoxy) - Phenyl] Propane Using Various Amine Curing-Agent with or without Fortifier. *Journal Thermochimica Acta*. Vol. 160, Hal. 323-328
- Patel, S.R., Patel, V.S., & Patel, R.G., (1991), Studies on Curing Kinetics and Thermal Stability of Epoxy Resin *N,N,N',N'*-tetraglycidyl-1,1-bis(4-amino-3-methyl)-phenyl] cyclohexane Using Various Amine Curing Agent. *Journal Thermochimica Acta*. Vol. 182, Hal. 319-327
- Patent, EP 1 406 885 B1, (2003), European Patent Specification
- Patent, EP 0 945 420 B1, (2002), European Patent Specification
- Patent, C07C39/16GK102304025SQ201110168743, (2012), [www.chnpat.Com](http://www.chnpat.Com)
- China Patents
- Petrie, E.M., (2006), *Epoxy Adhesive Formulations*. McGraw-Hill: USA
- Ran L., dkk, (2015), Green Synthesis of Bisphenol F over 12-phosphotungstic acid Supported on Acid-Activated Palygorskite. *Article RSC Advances*. Vol. 00, Hal. 1-8
- Rey, L., Poisson, N., Maazoua, A., dan Sautereau, H., (1999), Enhancement of Crack Propagation Resistance in Epoxy Resins by Introducing Poly(dimethylsiloxane) Particles, *Journal of Materials Science*, Vol. 34, hal. 1775 – 1781
- Sharma, K.R, (2012), *Polimer Thermodynamics Blends, Copolymers and Reversible Polymerization*. CRC Press LLC, London
- Shimizu, K., Kontani, S., Yamada, S., Takahashi, G., Nihisyama, T. dan Satsuma, A., (2008), Synthesis of Bisphenol-A from Phenol and Aseton using Organic-Inorganic Modified Heteropoly Acid Catalyst. *Symposium*, November 16-17
- Shon, M. dan Kwon, H., (2009), Comparison of Surface Modification with Amino Terminated Polydimethylsiloxane and Amino Branched



- Polydimethylsiloxane on the Corrosion Protection of Epoxy Coating, *Corrosion Science*, Vol. 51, hal. 650 – 657
- Soni, H.K., Patel, V.S. dan Patel, R.G., (1991), Studies on Cure Kinetics and Thermal Stability of Liquid Epoxy Resin Based on Bisphenol-C and Epichlorohydrin using Different Amines as Curing agents, *Thermochimica Acta*, Vol. 191, hal. 307-316
- Stewart, J.R., (2000), Synthesis and Characterization of Chlorinated Bisphenol-Based Polymers and Polycarbodiimides as Inherently Fire-Safe Polymers. Polymer Science and Engineering Dept: Washington
- Strachota, A., Whelan, P., Kriz, J., Brus, J., Urbanova, M., Slouf, M. dan Matejka, L., (2007), Formation of Nanostructured Epoxy Networks Containing Polyherdral Oligomeric Silsesquioxane (POSS) Blocks. *Journal Polymer*. Vol. 48, Hal: 3041-3058
- Trappe, V., Burchard, W. Dan Steinmann, B., (1991), Anhydride-Cured Epoxies via Chain Reaction. 1. The Phenyl Glycidyl Ether/Phthalic Acid Anhydride System. *Journal Macromolecules*. Vol. 24, Hal. 4738-4744
- Teil, H., Page, S.A., Michaud, V., Manson, J.-A.E., (2004), TTT-Cure Diagram of an Anhydride-Cured Epoxy System Including Gelation, Vitrification, Curing Kinetics Model, and Monitoring of the Glass Transition Temperature, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 93, hal. 1774 - 1787
- Tesoro, G., (1988), *Epoxy Resins-chemistry and Technology*, 2<sup>nd</sup> edition, Clayton A. May, Ed., Marcel Dekker, New York, 1,288 pp
- Wan, J., Bu, Z.Y., Xu, C.J., Li, B.G., dan Fan, H., (2011), Learning About Novel Amine-Adduct Curing Agents for Epoxy Resins: Butyl-Glycidylether-Modified Poly(propyleneimine) Dendrimers. *Journal*, Vol. 519, Hal: 72-82
- Wang, Y.Q., Zhang, H.M., Cao, J. and Tang, B.P., (2014), Binding of a New Bisphenol Analogue, Bisphenol S to Bovine Serum Albumin and Calf Thymus DNA. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*. Vol. 138, Hal. 182-190
- Wittcoff, H.A., Reuben, B.G. dan Plotkin, J.S., (2004), *Industrial Organic Chemicals*, 2<sup>nd</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc: Canada